

UNIVERSITE DU QUEBEC

MEMOIRE

Présenté à
l'Université du Québec à Trois-Rivières
comme exigence partielle de la
MAITRISE EN SCIENCES DES PATES ET PAPIERS

Par
Carlos CASTRO CALOCA
B.Sc.A (Génie Chimique)

Utilisation de différents gaz en désencrage
par flottation.

Septembre 1992

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier particulièrement messieurs Lorenzo Marchildon et Marcel Lapointe pour leur précieuse collaboration.

Mes remerciements s'adressent également à tout le personnel du Centre de recherche pour leur amitié et leurs conseils.

Finalement, je remercie infiniment le Ministère de l'Enseignement Supérieur du Québec de m'avoir donné l'opportunité de faire ma maîtrise.

RÉSUMÉ

Les phases solide, liquide et gazeuse coexistent et se trouvent en interaction constante dans le procédé de flottation. Le présent travail étudie, d'une façon pratique, le comportement de la flottation lorsque la phase gazeuse est modifiée au cours du désencrage de papier journal. L'azote, l'oxygène, l'air et le gaz carbonique sont utilisés individuellement comme phase gazeuse lors de la flottation.

Ce travail se divise en trois parties. La première constitue, pour chacun des gaz nommés précédemment, une évaluation de l'effet de la concentration et du type d'agents tensio-actifs (acide oléique et bromure d'hexadécyl triméthyl-ammonium) et ce, au niveau des propriétés optiques, de la surface encrée et des résistances mécaniques des pâtes flottées. Les résultats démontrent que l'utilisation du gaz carbonique comme phase gazeuse au cours de la flottation provoque une acidification du système.

Cette constatation a été approfondie dans la deuxième partie, en vérifiant l'influence du pH sur les propriétés optiques et de résistance des pâtes flottées avec chacun des quatre gaz.

Ces deux parties de l'étude ont démontré que les pâtes flottées, utilisant le gaz carbonique comme phase gazeuse, ont une adsorption élevée d'agent tensio-actif. La troisième partie vise à évaluer l'effet de l'agent tensio-actif sur la qualité de la pâte flottée. Il a été démontré que, de façon à minimiser la détérioration des propriétés résultant de l'utilisation de ce type de produits, il était préférable d'effectuer un lavage de la pâte flottée et ce, à pH neutre ou alcalin.

Tous les essais de flottation ont été effectués dans une cellule "Voith" de laboratoire. Les propriétés optiques et mécaniques ont été mesurées sur la pâte avant et après flottation.

Les résultats obtenus révèlent que l'air, l'oxygène et l'azote donnent des résultats similaires lorsqu'utilisés comme phase gazeuse. Par contre, le gaz carbonique présente un comportement différent, qui se traduit par l'obtention de meilleures propriétés optiques et de plus faibles propriétés mécaniques par rapport aux autres gaz utilisés.

TABLE DES MATIÈRES

	page
REMERCIEMENTS	ii
RÉSUMÉ	iii
TABLE DES MATIERES	v
LISTE DES FIGURES	x
LISTE DES TABLEAUX	xii
LEXIQUE	xiv
 1. INTRODUCTION	 1
1.1- LE RECYCLAGE	1
1.2- POURQUOI DÉSENCRER?	1
1.3- L'UTILISATION DE LA FLOTTATION	2
 2. THÉORIE	 4
2.1- LE DÉSENCRAGE DU PAPIER JOURNAL	4
2.1.1- Les procédés d'élimination d'encre	5
2.1.1.1- Le tamisage fin	5
2.1.1.2- L'épuration fine	5
2.1.1.3- La flottation	6
2.1.1.4- Le lavage	6
2.1.1.5- Les avantages de la flottation	8
2.2- TECHNOLOGIE DU DÉSENCRAGE PAR FLOTTATION	8
2.2.1- Les trois phases présentes	9
2.2.1.1- La phase solide	9
2.2.1.1.1- Les fibres	9

2.2.1.1.2- Les charges	9
2.2.1.1.3- L'encre	10
2.2.1.2- La phase liquide	13
2.2.1.3- La phase gazeuse	13
2.2.1.4- L'interaction entre les trois phases	16
2.2.1.4.1- L'angle de contact	16
2.2.1.4.2- La flottabilité	18
2.2.2- Les produits chimiques	19
2.2.2.1- Les alcalis	19
2.2.2.2- Les agents tensio-actifs	20
2.2.2.3- Les agents de blanchiment	23
2.2.2.4- Les agents complexants	23
2.2.2.5- Les électrolytes	23
2.2.3- Mécanisme du procédé de désencrage	24
2.2.3.1- Le décrochage de l'encre	24
2.2.3.2- La séparation par flottation	25
2.2.4- Paramètres importants	26
2.2.4.1- La température	27
2.2.4.2- Le temps d'opération	27
2.2.4.3- La consistance	28
2.2.4.4- Le pH	28
2.2.4.5- Les agents tensio-actifs	29
2.2.4.6- La dureté	29
2.3- ORIENTATION DU PROJET DE RECHERCHE	29
3. EXPÉRIMENTATION	31
3.1- MATIÈRE PREMIÈRE	31
3.1.1- Le support	31

3.1.2- L'encre	32
3.2- L'ÉQUIPEMENT UTILISÉ	33
3.2.1- Le tritrateur	33
3.2.2- La cellule de flottation	34
3.2.3- Le filtre dynamique "Jar"	35
3.3- SÉQUENCE EXPÉRIMENTALE	36
3.3.1- La trituration	36
3.3.2- La dilution	37
3.3.3- La flottation	37
3.3.4- Le lavage	38
3.4- ÉVALUATION DU PROCÉDÉ DE FLOTTATION	39
3.4.1- Les propriétés optiques	40
3.4.2- La surface encrée	42
3.4.3- Les résistances mécaniques	43
3.5- DIVISION DU TRAVAIL EXPÉRIMENTAL	44
3.5.1- Première partie	44
3.5.2- Deuxième partie	46
3.5.3- Troisième partie	47
3.6- ANALYSE STATISTIQUE	48
3.6.1- Introduction	49
3.6.2- Planifier une analyse de régression	49
3.6.2.1- Planification expérimentale	50
3.6.2.1.1- La phase d'analyse	50
3.6.2.1.2- La phase de synthèse	51
3.6.2.1.3- La phase d'évaluation et d'élaboration de l'expérience	52
3.6.2.2- Analyse de régression	52
3.6.2.3- Analyse de corrélation	53
3.6.3- Modèle étudié	54

4. RÉSULTATS	57
4.1- CODES	57
4.2- PREMIÈRE PARTIE EXPÉRIMENTALE	58
4.2.1- Blancheur	58
4.2.2- Luminosité	60
4.2.3- b^* (couleur)	62
4.2.4- Surface encrée	64
4.2.5- Indice d'éclatement	66
4.2.6 Longueur de rupture	68
4.3- DEUXIÈME PARTIE EXPÉRIMENTALE	70
4.3.1- Blancheur	70
4.3.2- Luminosité	72
4.3.3- b^* (couleur)	72
4.3.4 Indice d'éclatement	73
4.3.5 Longueur de rupture	74
4.4- TROISIÈME PARTIE EXPÉRIMENTALE	75
4.4.1- Longueur de rupture (trituration)	76
4.4.2- Indice d'éclatement (trituration)	77
4.4.3- Longueur de rupture (lavage)	79
4.4.4- Indice d'éclatement (lavage)	80
4.4.5- Blancheur (lavage)	82
4.5- COMPARAISON OPTIQUE	82
4.6- AUTRES PARAMÈTRES UTILISÉS	83
5. CONCLUSIONS	85
6. RECOMMANDATIONS	87
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	89

ANNEXES	96
I) TECHNIQUE POUR LA MESURE DE LA SURFACE ENCRÉE	96
II) TABLEAUX DE DONNÉES EXPÉRIMENTALES	98

LISTE DES FIGURES

	page
1. Efficacités des méthodes de désencrage	4
2. Usine moderne de désencrage	7
3. Mécanismes de fixation des encres	12
4. Relation de grosseur bulle/particule pour une flottation optimale	14
5. Gain de blancheur en fonction du rapport air/pâte	15
6. Forces de tension des interfaces	16
7. Mouillabilité des solides	17
8. Le pourcentage d'élimination d'encre en fonction de l'angle de contact	18
9. Adsorption d'oléate de sodium par les bulles d'air et les particules d'encre	21
10. Le décrochage de l'encre	25
11. Le mécanisme de la flottation	26
12. Influence du temps de flottation sur l'élimination d'encre.....	27
13. Triturateur	33
14. Cellule de flottation "Voith"	34
15. Filtre dynamique "JAR"	35
16. Séquence expérimentale utilisée	39
17. Système CIE L*, a*, b*, pour la mesure de la couleur	41
18. Blancheur vs % BHTA et acide oléique 0 %	59
19. Blancheur vs % BHTA et acide oléique 2 %	60
20. Luminosité vs % BHTA et acide oléique 0 %	61
21. Luminosité vs % BHTA et acide oléique 2 %	61
22. b* (couleur) vs % BHTA et acide oléique 0 %	62
23. b* (couleur) vs % BHTA et acide oléique 2 %	63
24. Élimination d'encre vs % BHTA et acide oléique 2 %	64

25.	Indice d'éclatement vs % BHTA et acide oléique 0 %	66
26.	Indice d'éclatement vs % BHTA et acide oléique 2 %	67
27.	Longueur de rupture vs BHTA et acide oléique 0 %	68
28.	Longueur de rupture vs BHTA et acide oléique 2 %	69
29.	Blancheur vs pH avant flottation; Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %	71
30.	Luminosité vs pH avant flottation; Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %	72
31.	b* (couleur) vs pH avant flottation; Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %	73
32.	Indice d'éclatement vs pH avant flottation; Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %	74
33.	Longueur de rupture vs pH avant flottation; Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %	75
34.	Influence des agents tensio-actifs sur la longueur de rupture	77
35.	Influence des agents tensio-actifs sur l'indice d'éclatement	78
36.	Lavage neutre et alcalin (LR)	80
37.	Lavage neutre et alcalin (IE)	80
38.	Activités développées par les agents tensio-actifs lors de la flottation	81
39.	Lavage neutre et alcalin (BLA.)	82
40.	La combustion submergée	88

LISTE DES TABLEAUX

	page
1. Composition typique d'une encre offset	11
2. Solubilité des gaz utilisés à l'expérimentation	30
3. Caractéristiques du papier journal	32
4. Conditions de la première partie expérimentale	46
5. Conditions de la deuxième partie expérimentale	47
6. Conditions de la troisième partie expérimentale	48
7. Comparaison optique	83
8. Première partie, propriétés optiques	99
9. Première partie, résistances mécaniques	100
10. Deuxième partie, propriétés optiques	100
11. Deuxième partie, résistances mécaniques	101
12. Troisième partie, influence des agents tensio-actifs sur les résistances mécaniques	102
13. Troisième partie, propriétés mécaniques et résistances mécaniques	103
14. Coefficient de détermination du modèle retenu pour chacune des variables explicatives (Série I)	104
15. Pourcentage d'explication du modèle retenu et de chacune des variables explicatives (Série I)	105
16. Fisher du modèle retenu et de chacune des variables explicatives (Série I)	106
17. Coefficient de détermination du modèle retenu pour chacune des variables explicatives (Série II)	107
18. Pourcentage d'explication du modèle retenu et de chacune des variables explicatives (Série II)	108
19. Fisher du modèle retenu et de chacune des variables explicatives (Série II)	109

LEXIQUE

m μ	Microns
Hydrophobe	Qui ne se laisse pas mouiller par l'eau
Hydrophile	Qui a de l'affinité pour l'eau
DTPA	Diéthylène Triamine Penta Acétate de sodium
ppm	Mesure de concentration (parties par million)
θ	Angle de contact (degrés)
σ	Tension d'interface (mN/m ²)
S. E.	Surface encrée
RPM	Révolutions par minute
pK	Constante de dissociation
X _n	Variable indépendante n (d'entrée)
Y _n	Variable dépendante n (de sortie)
B _n	Coefficient de corrélation n
ϵ	Erreur expérimentale
R ²	Coefficient d'explication
Cs	Consistance
Temp.	Température
Av. F.	Échantillon Avant Flottation
Ap. F.	Échantillon Après Flottation
F. Air	Échantillon flotté avec air
F. O ₂	Échantillon flotté avec oxygène
F. N ₂	Échantillon flotté avec azote
F. CO ₂	Échantillon flotté avec gaz carbonique
A. O.	Acide oléique
BHTA	Bromure de Héxadécyl-triméthyl ammonium
LAV. N.	Lavage neutre
LAV. AL.	Lavage alcalin

LR	Longueur de rupture
IE	Indice d'éclatement
R. M.	Propriétés de Résistance mécanique

1. INTRODUCTION

1.1- LE RECYCLAGE

La fibre recyclée constitue une source considérable de matière première, qui pourrait remplacer partiellement ou entièrement la fibre vierge. Ce facteur, ajouté à l'épuisement de la forêt, à l'éloignement des réserves de bois des usines et aux contraintes posées par la protection de l'environnement provoquent une nouvelle orientation des producteurs papetiers vers le recyclage.

Le papier journal est la principale source de fibres recyclées. Le papier journal a des caractéristiques très intéressantes qui favorisent sa réutilisation; sa vie utile très courte (pratiquement un jour), le volume produit (4,7 millions de tonnes par année au Québec) et sa proportion dans la poubelle domestique typique (environ 6 - 8%) (1).

De plus, des lois américaines récentes en matière de recyclage établissent un taux d'incorporation de fibres récupérées dans la production du papier journal de 25% pour 1991, de 40% pour ... et allant jusqu'à 90% dans certains cas (2). Plusieurs états américains ont déjà adopté ces règlements, et il semble que les autres états américains et les dix provinces canadiennes suivront le mouvement.

1.2- POURQUOI DÉSENCRER?

Dans cette situation, les producteurs de papier journal québécois, qui exportent environ 75% de leur production aux États-Unis, doivent agir. Pour demeurer compétitifs sur le marché, ils doivent se doter de nouvelles

techniques pour fabriquer un papier de qualité acceptable, contenant des fibres recyclées et qui soit économiquement rentable. L'une de ces techniques est le désencrage.

Avec un taux d'incorporation de fibres récupérées de 25% dans la production de papier journal, les papetiers québécois utiliseront un volume très important de fibres recyclées. En considérant le coût, la disponibilité et la qualité potentielle des fibres, la source la plus indiquée est la pâte désencrée de papier journal.

Le désencrage de papier journal est réalisable, mais il faut tenir compte de certains aspects qui pourraient entraver l'élimination de l'encre. Les plus courants sont le vieillissement du papier imprimé (3), la présence des encres inertes aux réactifs, la granulométrie inadéquate des encres dispersées (4), et la redéposition des particules d'encre déjà décrochées sur les fibres.

1.3- L'UTILISATION DE LA FLOTTATION

Le procédé de flottation est de plus en plus utilisé depuis quelques années pour désencrer le papier journal. Le Japon et l'Europe utilisent couramment ce procédé pour leurs vieux papiers, alors qu'il commence seulement à être répandu en Amérique du Nord. Antérieurement en Amérique, le lavage était le procédé de désencrage le plus utilisé. L'apparition de sévères restrictions environnementales sur les effluents industriels et quelques avantages techniques ont favorisé l'adoption rapide de la flottation comme méthode de désencrage. Cependant, plusieurs usines, surtout en Amérique du Nord, ont décidé d'utiliser les deux procédés pour profiter des avantages de chacun.

La situation actuelle demande une connaissance plus approfondie du désencrage par flottation. Les travaux présentés dans ce rapport de recherche visent une meilleure compréhension du mécanisme d'opération du désencrage par flottation, et plus particulièrement, le rôle de la phase gazeuse dans ce mécanisme.

Une compréhension adéquate des phénomènes observés lors de la flottation avec différents gaz est d'un grand intérêt, puisqu'elle permettra d'envisager des modifications au procédé conventionnel en vue de le rendre plus efficace.

2. THÉORIE

2.1- LE DÉSENCRAGE DE PAPIER JOURNAL

Le procédé de désencrage de papiers imprimés consiste d'abord à séparer l'encre des autres constituants du papier. L'opération commence avec une remise en pâte du papier imprimé (trituration), par l'action d'une forte agitation, et l'addition de produits chimiques pour obtenir le décrochage, et la dispersion ultérieure des particules d'encre. L'élimination ultérieure de l'encre de la suspension fibreuse peut se faire en utilisant plusieurs méthodes.

La distribution de la grosseur des particules d'encre après la remise en pâte établira le procédé d'élimination le plus indiqué. La figure 1 illustre les efficacités des quatre méthodes d'élimination d'encre utilisées actuellement, par rapport à la dimension des particules d'encre et à leur plage de grosseur après une remise en pâte typique (5,6).

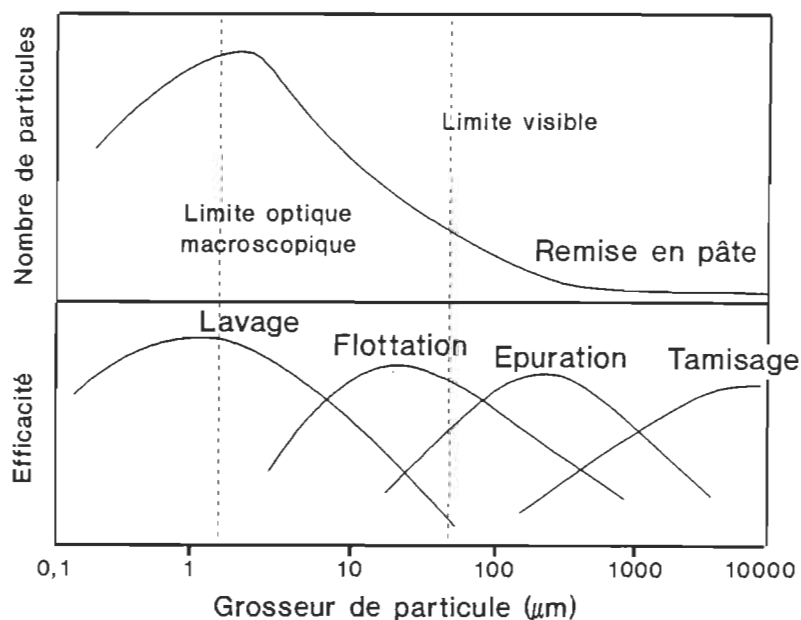


Fig. 1 Efficacités des méthodes de désencrage.

2.1.1- Les procédés d'élimination d'encre

2.1.1.1- Le tamisage fin

Le tamisage fin élimine les particules plus grosses que 300 μm . Généralement, le tamis a des rainures de 200 μm de largeur pour assurer une bonne rétention des particules irrégulières. Ce type d'équipement opère selon deux principes de base; la grandeur et la rigidité des particules.

La plus grande partie de l'encre qui est rejetée dans cette étape se trouve collée aux autres types de contaminants (7).

2.1.1.2- L'épuration fine

L'épuration fine met en jeu les principes de gravité et de surface spécifique. Cette technique permet d'éliminer des particules plus grosses que 100 μm .

La plupart des usines de désencrage utilisent des épurateurs centrifuges. Dans ce type d'épurateur, l'alimentation se fait tangentielllement, ce qui crée un mouvement circulaire à l'intérieur de l'épurateur. La force centrifuge générée par ce mouvement déplace les particules plus lourdes vers la paroi extérieure, qui descendront par la suite en suivant la paroi jusqu'à leur élimination du système.

2.1.1.3- La flottation

La flottation peut enlever des particules de 10 à 100 μ , mais quelques résultats ont démontré qu'en optimisant les conditions d'opération, il est possible d'éliminer des particules au-delà de 160 μ (9).

Le procédé de flottation fonctionne d'après le principe d'affinité ou répulsion entre les surfaces des éléments qui sont en jeu.

Les particules d'encre, avant la flottation, doivent présenter un caractère hydrophobe pour être éliminées au cours de l'opération.

2.1.1.4- Le lavage

Le lavage élimine facilement les particules entre 5 et 25 μ . Les particules de moins de 3 μ risquent d'être insérées dans les fibres (dans le lumen) ou d'être captives dans les microfibrilles de la surface extérieure des fibres, ce qui rend leur élimination très difficile (7).

Le procédé de lavage consiste en l'élimination de particules d'encre dispersées à travers un tamis ayant des mailles de dimensions appropriées. Seules les particules ayant une affinité marquée pour l'eau sont éliminées avec une efficacité de lavage élevée.

Dans les usines modernes, il est très courant de trouver plusieurs de ces méthodes de désencrage dans la même ligne de production. Le diagramme-bloc d'une usine moderne de désencrage est présenté à la figure 2 (10).

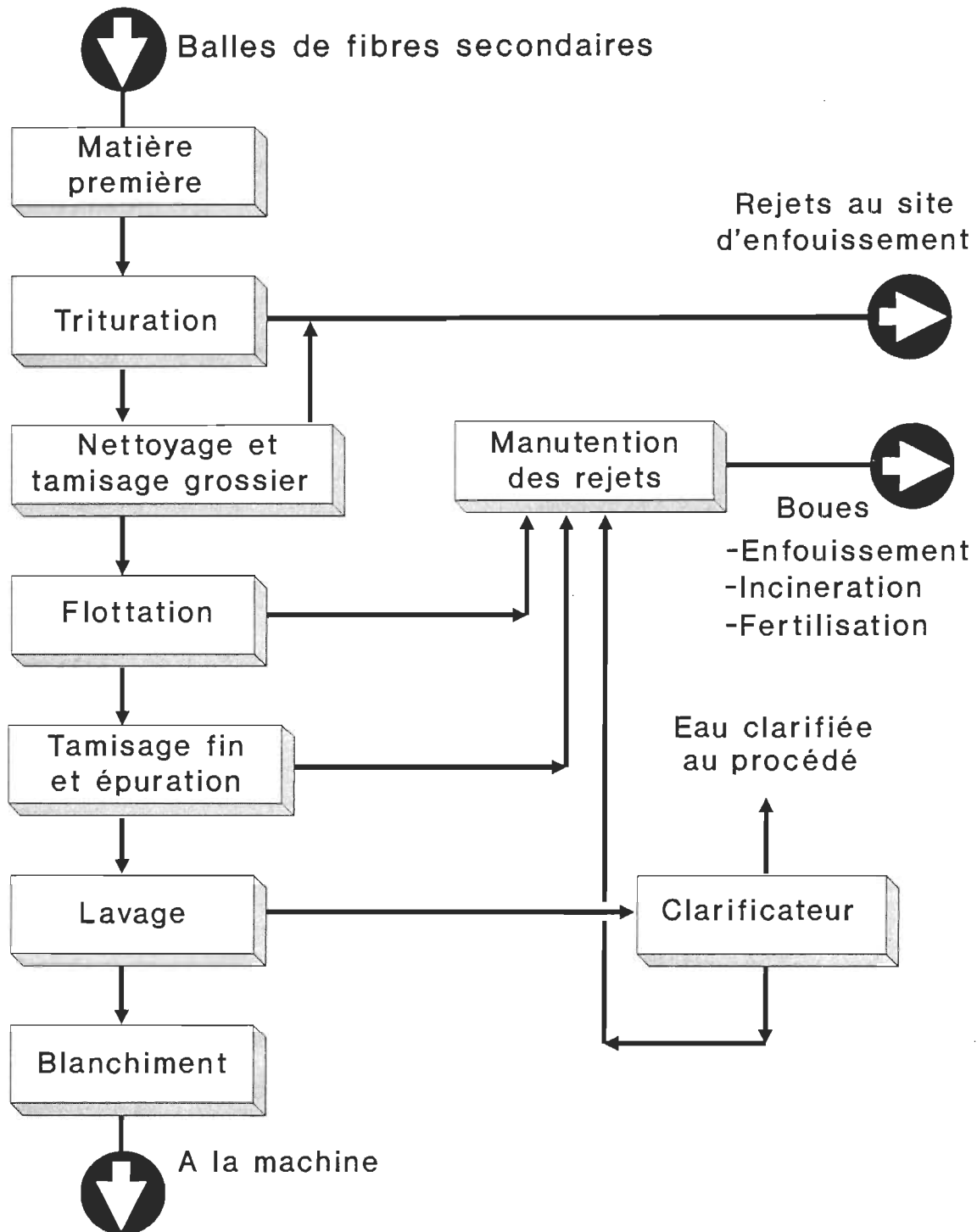


Fig. 2 Usine moderne de désencrage.

2.1.1.5- Les avantages de la flottation

La flottation devient de plus en plus utilisée au détriment du lavage pour désencrer le papier journal. Le tamisage et l'épuration sont surtout utilisés pour éliminer les autres types de contaminants.

Les raisons principales pour lesquelles la flottation est préférée aux autres techniques sont :

- 1) L'encre est éliminée à de fortes concentrations, ce qui se traduit en un volume d'effluent faible (11);
- 2) Une consommation raisonnable d'eau claire (20 m³/tonne) (11);
- 3) Avec le papier journal les pertes sont d'environ 10 %, comparativement à 30-40 % pour le lavage (11).

Les deux premières raisons ont un impact positif important d'un point de vue environnemental.

2.2- TECHNOLOGIE DU DÉSENCRAGE PAR FLOTTATION

La technique de flottation utilise surtout les différences physiques (densité) et physico-chimiques superficielles (mouillabilité, tension de surface) pour séparer l'encre de la suspension fibreuse.

2.2.1- Les trois phases présentes

Les trois phases qui coexistent pendant l'étape de flottation (solide, liquide et gazeuse) sont en constante interaction.

2.2.1.1- La phase solide

Un élément solide, pour être flotté en milieu aqueux, doit inévitablement avoir un caractère hydrophobe. Dans le cas contraire, il est nécessaire d'ajouter des substances (agents tensio-actifs) qui lui donneront cette caractéristique.

Plusieurs éléments solides distincts sont obtenus après la remise en pâte du papier journal (trituration). Les plus importants seront décrits dans les sections suivantes. Ce sont les fibres, les charges et l'encre.

2.2.1.1.1- Les fibres.

La surface extérieure des fibres contient des groupements hydrophiles, qui sont responsables de leur gonflement en milieu aqueux. La présence de lignine dans la pâte mécanique diminue la capacité d'absorption d'eau sur la fibre, quoiqu'elle conserve tout de même son caractère hydrophile (12).

2.2.1.1.2- Les charges.

Les charges sont des produits inertes (par exemple, des oxydes et des carbonates), qui sont ajoutés lors de la fabrication du papier pour

améliorer les propriétés optiques et le fini de surface du papier. La quantité de charge présente dépend du type de papier produit. Il y a moins de 1 % de charge dans le papier journal utilisé dans le cadre de cette étude, même si certains peuvent en contenir plus.

Les charges ont un caractère hydrophobe, c'est-à-dire qu'elles flottent naturellement. Des études récentes ont démontré que les charges favorisent la flottation des encres. Les fines particules d'encre sont adsorbées sur les charges, générant des agglomérats plus gros et plus hydrophobes qui sont facilement éliminés (13, 14, 15, 16).

2.2.1.1.3- L'encre.

Les encres sont présentes dans le système sous forme de particules semi-circulaires de dimensions variées. Elles sont déposées sur le papier lors de l'impression.

La composition des encres est fonction du type d'impression et de la méthode de fixation utilisée (17). Elles contiennent trois constituants :

LE PIGMENT : Il est responsable du contraste sur le papier imprimé.
Le pigment le plus utilisé est le noir de carbone;

LE SUPPORT : La fonction de cet élément est d'accrocher le pigment au papier (adhésif). Les résines et les cires sont utilisées comme supports dans la plupart des encres;

LE VÉHICULE : Il sert à fluidifier l'encre en facilitant son application sur la surface du papier. Généralement,

cette catégorie comprend des solvants à base d'hydrocarbures (huiles, alcools, etc) (18).

Actuellement au Canada et aux États-Unis, le papier journal contient environ 1,5 % d'encre, et est généralement imprimé par le procédé offset. Les encres offset sont très visqueuses, et contiennent une forte proportion de pigments par rapport aux autres types d'encre. Le tableau 1 présente la composition typique d'une encre offset (19). Ces encres sont séchées soit par adsorption et/ou par évaporation de solvant.

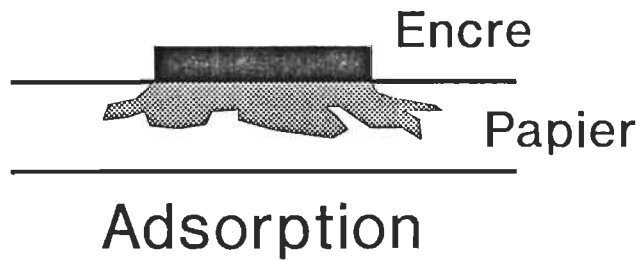
Au cours des dernières années, l'usage accru des encres polymérisables (par l'oxygène ou par la lumière ultraviolette) a compliqué l'opération de désencrage. Cependant, elles ne sont pas employées actuellement pour l'impression de papier journal.

Matière première	% en poids
Noir de carbone	18
Vernis résiniques d'hydrocarbone	41
Huile minérale	41
Total	100

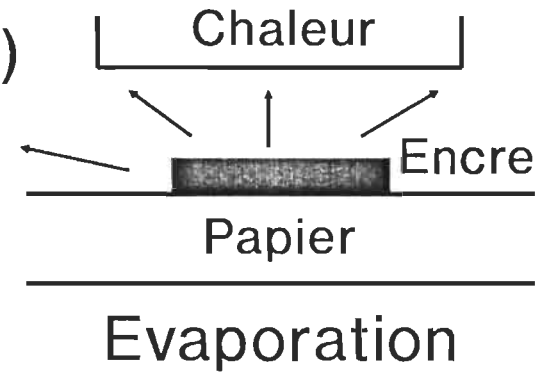
Tableau 1. Composition typique d'une encre offset.

La figure 3 illustre les quatre mécanismes de fixation d'encre les plus utilisés (20).

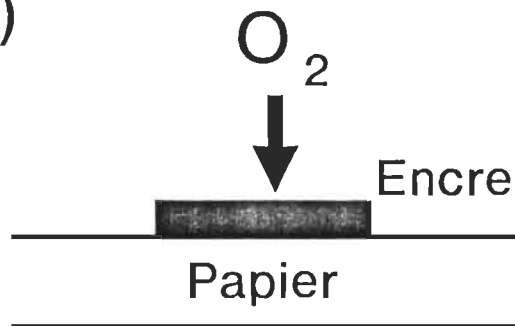
1)



2)



3)



4)

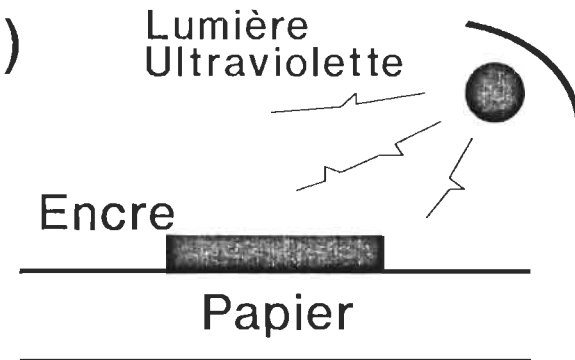


Fig. 3 Mécanismes de fixation des encres.

2.2.1.2- La phase liquide.

La phase liquide est considérée comme le support du système, car elle en représente plus de 95 % en poids.

Tous les systèmes de désencrage par flottation utilisent l'eau comme phase liquide. Les molécules d'eau se lient entre elles par des ponts hydrogène, formant un liquide polaire. Les éléments du système ayant la caractéristique d'être non polaires seront considérés comme éléments hydrophobes (encre, charges, air).

Il existe quelques produits incorporés à la phase liquide après leur solubilisation par l'eau, par exemple les matières extractibles, les agents tensio-actifs, les électrolytes, etc.

2.2.1.3- La phase gazeuse.

Pendant la flottation, la phase gazeuse est sous forme de bulles, de dimensions variables, qui sont injectées au système sous pression. Leur grosseur est principalement affectée par cinq facteurs :

- 1) Le débit du gaz;
- 2) La tension à l'interface eau-gaz;
- 3) Le diamètre des perforations à l'injection du gaz;
- 4) Le courant hydrodynamique;
- 5) La tête hydrostatique.

Le contrôle de la grosseur des bulles de gaz n'est pas facile. Cependant, une distribution adéquate de grosseur des bulles de gaz est absolument nécessaire pour obtenir une bonne flottation.

Des travaux récents montrent qu'il existe une grosseur optimale de la bulle de gaz pour chaque grosseur de particules solides à séparer. La figure 4 illustre le rapport de grosseur entre les bulles et les particules solides pour une flottation optimale (21).

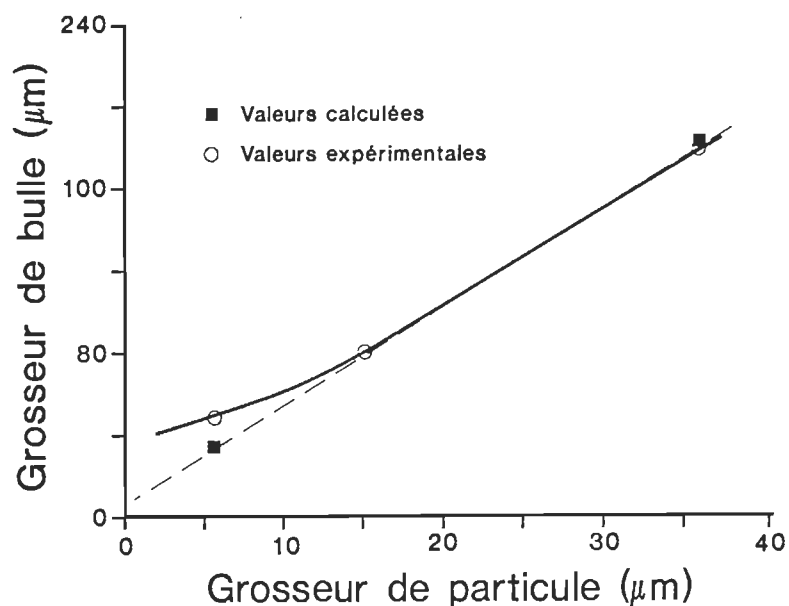


Fig. 4 Relation de grosseur bulle/particule pour une flottation optimale.

Tous les systèmes de flottation utilisent l'air comme phase gazeuse pour le désencrage. Par ailleurs, quelques essais de flottation en minéralurgie ont été faits en substituant l'air par l'oxygène et l'azote, et ont donné des résultats assez intéressants (22).

Le débit de gaz est un autre paramètre important relié à la phase gazeuse. Au cours du désencrage par flottation, le débit d'air peut être facilement contrôlé. Ce paramètre a une influence très marquée sur la performance de la flottation.

L'augmentation du débit d'air entraîne une augmentation de la blancheur, mais il existe un débit d'air maximal (limite d'aération), au-delà duquel l'air perturbe l'ascension des particules d'encre. La figure 5 montre les gains de blancheur obtenus en fonction des rapports d'écoulement air/pâte (23).

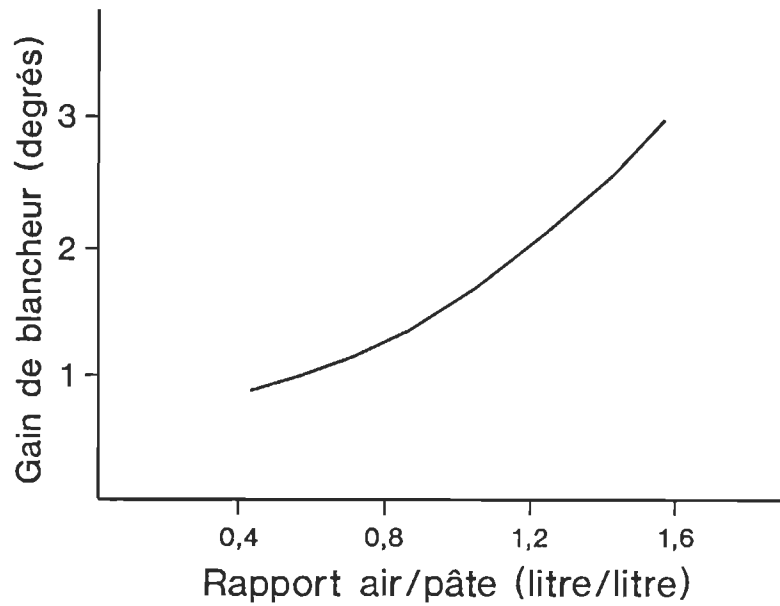


Fig. 5 Gain de blancheur en fonction du rapport air/pâte.

2.2.1.4- L'interaction entre les trois phases

La flottation est un procédé assez complexe où les trois phases coexistantes sont sous une interaction constante. Pour avoir une idée concrète de cette interaction, plusieurs auteurs ont eu recours à l'angle de contact.

2.2.1.4.1- L'angle de contact

Diverses études sur la flottation ont mis en évidence que pour obtenir l'accrochage, puis l'élimination ultérieure des particules solides (encre) par les bulles d'air, la formation d'un angle de contact fini (θ) est nécessaire (24, 25, 26). Cet angle de contact (θ) est une mesure quantitative de la mouillabilité des solides, et dépend des tensions d'interface des trois phases (solide, liquide et gazeuse) en équilibre. La figure 6 est une représentation schématisque des forces de tension d'interface qui agissent sur les trois phases, alors que la figure 7 illustre le mouillage d'un solide en fonction de l'angle de contact.

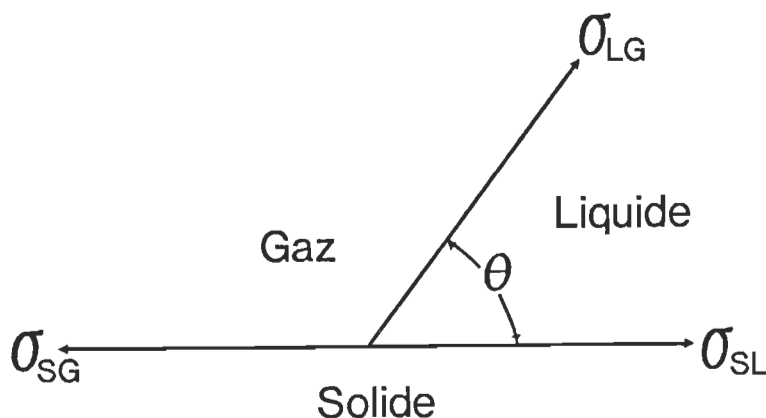


Fig. 6 Forces de tension des interfaces.

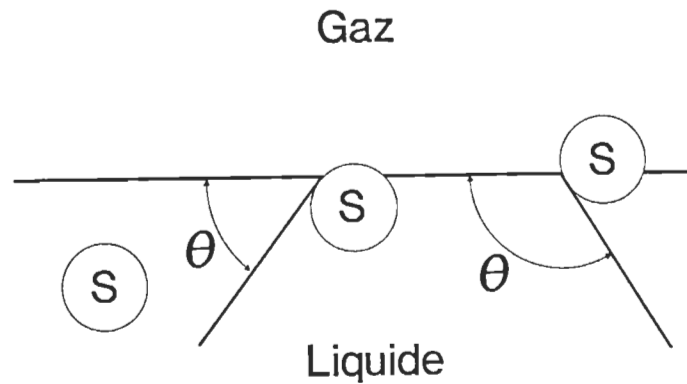


Fig. 7 Mouillabilité des solides.

Un angle de contact fini, en suspension aqueuse, signifie que la force d'adhésion de l'eau avec le solide est moins grande que la force de cohésion entre les molécules d'eau.

L'eau est un liquide à haute énergie de cohésion, car ses molécules sont unies par des liens hydrogène. Cette particularité lui donne son caractère polaire. Le solide par contre, pour être flottable, ne doit pas présenter de groupements polaires extérieurs (groupements hydrophiles) (27).

L'angle de contact θ est défini par l'équation de Young:

$$\cos \theta = (\sigma_{SG} - \sigma_{SL}) / \sigma_{LG}$$

où θ = l'angle de contact

σ = Tension d'interface

La tension d'interface est la force nécessaire pour créer une nouvelle unité de surface entre deux ou trois phases par unité de longueur.

De hautes valeurs de σ_{SL} et σ_{LG} et des valeurs basses de σ_{SG} favoriseront la formation d'un angle de contact suffisamment grand pour permettre une flottation efficace.

2.2.1.4.2- La flottabilité.

La flottabilité est la capacité d'éliminer un solide spécifique du système au cours de la flottation. La flottabilité est meilleure à mesure que l'angle de contact augmente, mais la corrélation entre ces deux facteurs est complexe.

Dans le désencrage, la flottabilité est définie comme étant le degré d'élimination d'encre. La figure 8 illustre le pourcentage d'élimination d'encre en fonction de l'angle de contact.

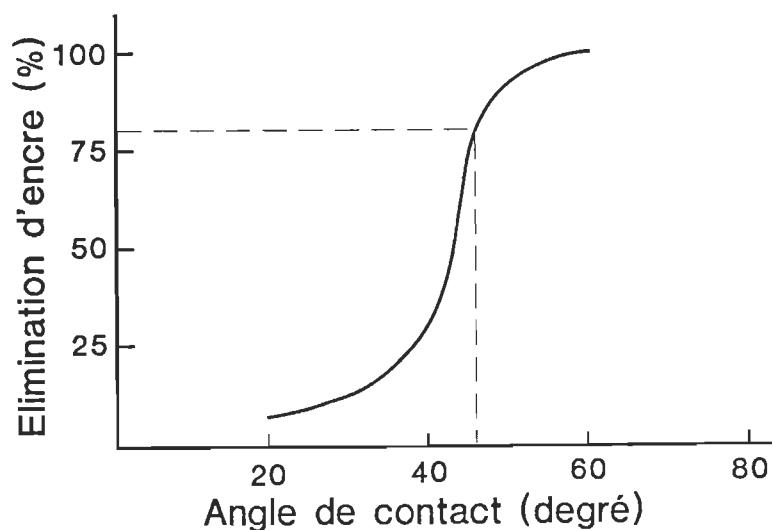


Fig. 8 Le pourcentage d'élimination d'encre en fonction de l'angle de contact.

Pour avoir une élimination d'encre acceptable, c'est-à-dire de plus de 80%, la figure 8 montre qu'il doit y avoir formation d'un angle de contact d'au moins 45° (23).

2.2.2- Les produits chimiques

Il existe une grande variété de formulations de produits utilisés dans le désencrage par flottation (28, 29, 30, 31, 32, 33). La sélection de l'une d'entre elles en particulier dépend à la fois du type de matière première à traiter, de l'équipement utilisé et de la qualité désirée du produit final. Dans la plupart des formulations, divers produits de base sont présents.

2.2.2.1- Les alcalis

Les alcalis permettent de faire gonfler les fibres, et de détruire le liant des encres (qui se compose généralement d'huiles et de résines). Leur présence permet d'effectuer un lessivage, et pour les liants huileux il y a une réaction de saponification.

L'addition des alcalis se fait de façon à obtenir un pH entre 10 et 11. Avec des fibres de pâte mécanique, un pH alcalin provoque la formation de groupements chromophores, qui sont responsables du jaunissement de la pâte.

Les alcalis les plus utilisés en industrie sont la soude caustique et le silicate de sodium, leurs caractéristiques pour le désencrage sont :

SOUDE CAUSTIQUE : Elle réagit de façon plus sévère, mais par contre jaunit la pâte davantage;

SILICATE DE SODIUM : Les réactions avec le silicate de sodium sont plus douces, ce qui diminue le jaunissement de la pâte. Il disperse l'encre, empêche sa redéposition sur les fibres et stabilise la formulation de désencrage (tampon). Il réduit également la décomposition catalytique du peroxyde d'hydrogène, lorsque celui-ci est utilisé (33).

De ces deux alcalis, le silicate de sodium est celui qui favorise le plus le décrochage de l'encre. Il pourrait remplacer la soude caustique en totalité ou en partie, mais il faut tenir compte des dosages et des coûts de ces deux produits.

2.2.2.2- Les agents tensio-actifs

Les agents tensio-actifs sont des produits qui modifient les caractéristiques des interfaces du système.

Les molécules d'agents tensio-actifs sont polaires à une extrémité, et non polaires à l'autre. En milieu aqueux, la partie non polaire est adsorbée par les substances hydrophobes, pendant que l'autre partie est dirigée vers l'extérieur (eau), facilitant ainsi la mouillabilité et la dispersion des substances hydrophobes dans le système (34).

L'extrémité non polaire (hydrophobe) se compose d'une chaîne de carbone de longueur variable. Cette longueur a une influence très

importante sur le mécanisme de flottation. Lorsque la chaîne contient moins de 6 atomes de carbone, le caractère non polaire de la chaîne est diminué par l'extrémité polaire. Par contre, lorsqu'elle en contient plus de vingt, la chaîne devient trop insoluble. Une longueur de chaîne idéale se situe entre 12 et 18 carbones (35).

L'extrémité polaire consiste en un agrégat de deux ou plusieurs atomes liés, qui créent un moment dipolaire permanent. La présence de ce dipôle confère à cette extrémité son caractère polaire (hydrophile) (36).

Dans le cas du désencrage, les agents tensio-actifs sont adsorbés par les éléments hydrophobes (encre, charges, bulles d'air), les dispersent dans la suspension et abaissent la tension superficielle du liquide, ce qui provoque un plus grand gonflement des fibres et la formation d'une mousse stable lors de la flottation. La figure 9 donne l'exemple de l'oléate de sodium, un surfactif, et de son adsorption par les particules d'encre et les bulles d'air.

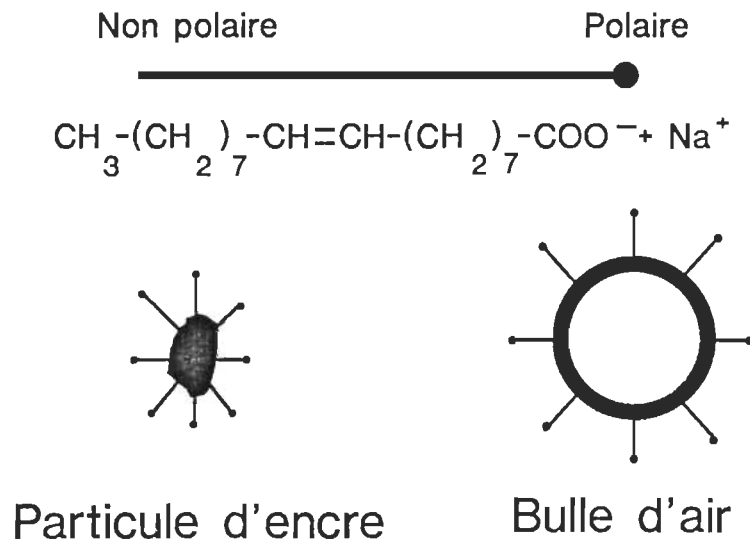


Fig. 9 Adsorption d'oléate de sodium par les bulles d'air et les particules d'encre.

Les agents tensio-actifs sont classés en trois groupes selon leur caractère ionique. Ils sont soit cationiques, non-ioniques ou anioniques. Leurs caractéristiques les plus importantes en désencrage sont :

- AGENTS TENSIO-ACTIFS CATIONIQUES :

- Leur partie active présente une charge positive;
- Peu sensibles au pH;
- Formation abondante de mousse;
- Meilleure adsorption par les particules chargées négativement, comme c'est le cas de l'encre. Exemple : le bromure de hexadécyl triméthyl-ammonium (BHTA) (34).

- AGENTS TENSIO-ACTIFS NON-IONIQUES :

- Leur partie active ne présente pas de charge ionique;
- Peu sensibles au pH;
- Formation faible de mousse;
- Dispersion excellente de l'encre (très utilisés dans le désencrage par lavage). Exemple: l'alkyl polyglycol-éther (37,38).

- AGENTS TENSIO-ACTIFS ANIONIQUES :

- Leur partie active présente une charge négative.
- pH de travail alcalin;
- Liens très forts avec l'encre (utilisés comme collecteurs au désencrage par flottation);
- Formation abondante de mousse. Exemple : l'oléate de sodium (34).

2.2.2.3- Les agents de blanchiment

Dans le blanchiment de la pâte mécanique, le peroxyde d'hydrogène est l'agent de blanchiment qui donne les gains de blancheur les plus élevés. De plus, le peroxyde d'hydrogène est compatible avec tous les ingrédients de la liqueur de désencrage alcalin.

Le peroxyde blanchit les colorants en solution dans les vieux papiers et combat le jaunissement de la pâte mécanique provoqué par le traitement à la soude caustique. De plus, il attaque par oxydation certains liants des encres et autres constituants des vieux papiers (colles, liants de couchage) (39, 33).

2.2.2.4- Les agents complexants

Le blanchiment au peroxyde d'hydrogène requiert l'ajout de sel pentasodique de l'acide diéthylène triamine penta-acétique (DTPA). Ce produit transforme les ions des métaux lourds et alcalino-terreux en complexes stables et solubles dans l'eau. Ces ions diminuent l'efficacité du blanchiment par leur action catalytique (40), et favorisent la décomposition du peroxyde.

2.2.2.5- Les électrolytes

Des électrolytes sont ajoutés pendant la flottation pour favoriser la formation d'agglomérats, surtout lorsque des sels d'acides gras sont utilisés comme agents tensio-actifs. L'électrolyte utilisé le plus couramment est le chlorure de calcium (CaCl_2).

Les ions obtenus par la dissociation des électrolytes réagissent avec les tensio-actifs en formant un précipité insoluble, qui se dépose sur les particules d'encre décrochées et sur les bulles d'air. Cette situation facilite l'attachement des particules aux bulles (9).

2.2.3- Mécanisme du procédé de désencrage

Le procédé de désencrage se divise en deux étapes fondamentales: le décrochage de l'encre, puis son élimination.

2.2.3.1- Le décrochage de l'encre

Cette étape a pour but l'enlèvement des particules d'encre des fibres. Le décrochage de l'encre se fait dans un tritrateur à pH alcalin (10-11), et à des températures relativement basses (30-60 C).

L'addition de réactifs détruit les liants de l'encre et facilite le gonflement des fibres. Ce gonflement produit une force de cisaillement à l'interface fibre-encre, mais n'apporte pas de changement dimensionnel aux particules d'encre qui demeurent liées aux fibres.

Les facteurs mentionnés ci-haut, conjugués à la friction entre les fibres et aux forces hydrodynamiques provoquées lors d'une forte agitation, causent le détachement de l'encre.

Une fois les particules d'encre décrochées des fibres, le tensio-actif les enrobe et les stabilise (41). La figure 10 illustre l'étape de décrochage.

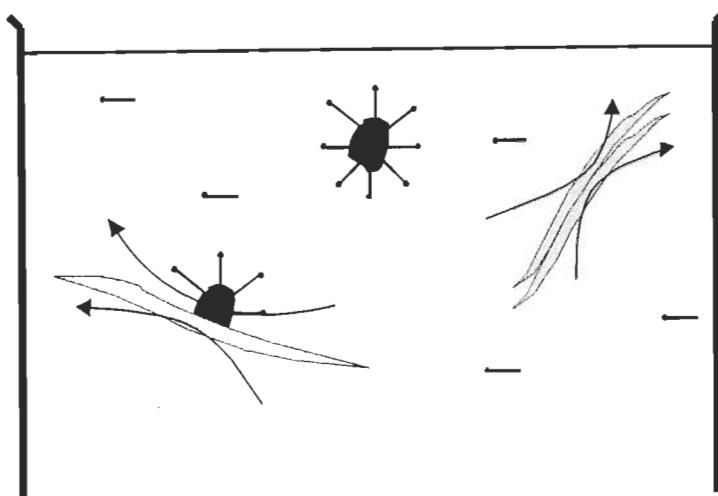


Fig. 10 Le décrochage de l'encre.

2.2.3.2- La séparation par flottation

L'étape de flottation élimine de la suspension fibreuse les particules d'encre qui ont été décrochées des fibres pendant la trituration.

Les ions calcium ajoutés à la suspension réagissent avec le tensio-actif, qui s'est déposé sur la surface des particules d'encre décrochées et sur les bulles d'air, provoquant la précipitation du tensio-actif et par conséquent une diminution de la charge sur ces surfaces.

Les surfaces résultantes (hydrophobes) favorisent la formation d'agglomérats, ce qui facilite la génération de particules d'encre plus grosses, et leur accrochage aux bulles d'air introduites à la base de la cellule (42). L'ensemble des bulles d'air et des particules d'encre

accrochées forme une mousse noirâtre à la surface libre de la cellule. Cette mousse est par la suite raclée et séparée de la suspension.

La figure 11 présente schématiquement le mécanisme de la flottation.

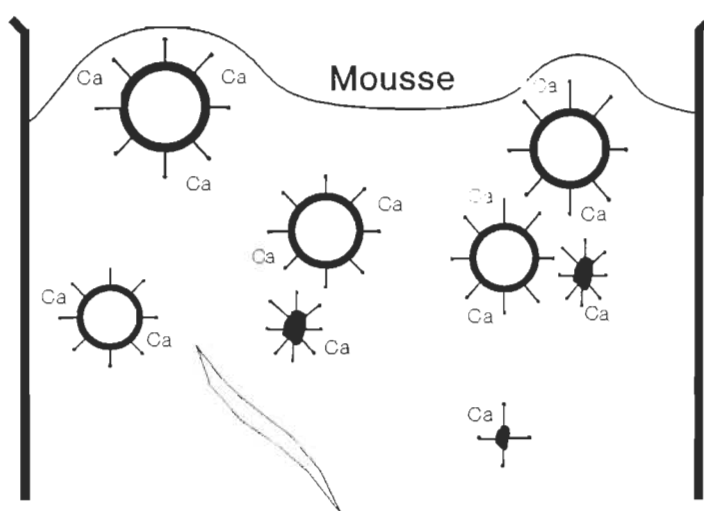


Fig. 11 Le mécanisme de la flottation.

2.2.4- Paramètres importants

Il faut tenir compte de plusieurs paramètres qui influencent la performance de l'opération de flottation. Parmi les plus importants, il y a la température, le temps, la consistance, le pH, les agents tensio-actifs, et la dureté.

2.2.4.1- La température

La flottation de vieux papiers se fait à des températures relativement basses (30-60 C). Une élévation de la température améliore l'action des réactifs en permettant une meilleure élimination d'encre, mais par contre favorise le jaunissement de la pâte. Une température basse favorise l'élimination des matériaux collants, facilement déformés et difficiles à éliminer à haute température. Il faut faire un compromis entre ces deux facteurs pour atteindre les meilleurs résultats (43).

2.2.4.2- Le temps d'opération

Le temps de flottation influence l'efficacité de l'élimination de l'encre. La figure 12 illustre la relation entre la fraction d'encre non flottée et le temps de flottation. Selon cette figure, une grande partie de l'encre est déjà éliminée en moins de 10 minutes. Par la suite, l'élimination d'encre devient moins importante (44).

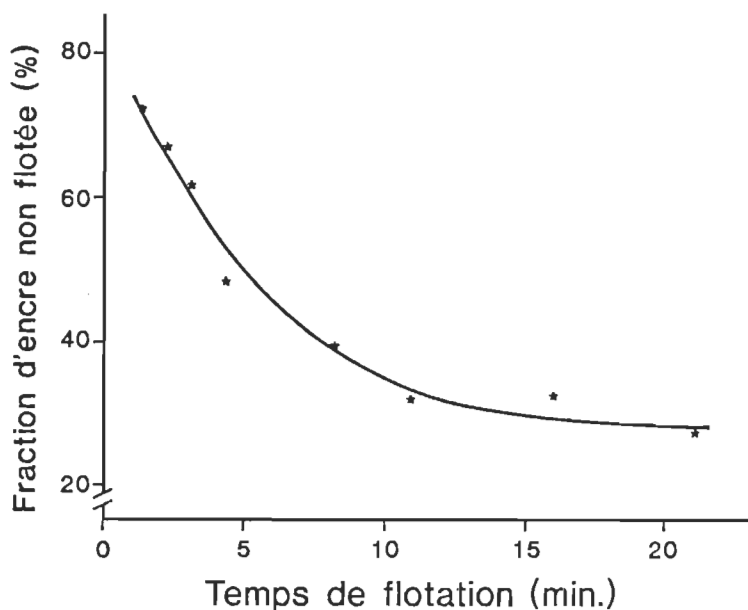


Fig. 12 Influence du temps de flottation sur l'élimination d'encre.

2.2.4.3- La consistance

La consistance (g de fibres/100 g de suspension) a une influence très importante sur l'efficacité de la flottation.

Une consistance trop élevée se traduit par une interférence des fibres, et provoque l'instabilité des bulles d'air, le manque de contact bulle d'air-particule d'encre et la possibilité d'un décrochage de la particule d'encre déjà déposée sur la bulle.

A l'opposé, une consistance trop faible diminue la possibilité de collisions entre les particules d'encre et les bulles d'air, puisqu'il y a moins d'encre dans un même volume de suspension. Ceci augmente donc le temps requis pour traiter une quantité de pâte donnée.

L'équilibre entre ces deux situations, pour la plupart des systèmes de flottation, se trouve entre 0,5 et 2 % de consistance.

2.2.4.4- Le pH

Le pH contrôle l'ionisation des tensio-actifs (agents collecteurs) d'une espèce moléculaire à une espèce ionique. Cette ionisation affecte l'adsorption du tensio-actif par les éléments solides et, de ce fait, influence la flottation (45, 46).

Dans le cas des sels des acides gras (très utilisés dans le désencrage par flottation), un pH alcalin est nécessaire pour assurer une ionisation complète. Cependant, une alcalinité élevée favorise également le jaunissement de la pâte.

2.2.4.5- Les agents tensio-actifs

La présence d'agents tensio-actifs est très importante pour réussir la flottation. Les tensio-actifs ont deux fonctions principales: la collection d'encre et la formation de mousse. L'absence d'une ou des deux fonctions rend la flottation presque nulle.

De façon générale, l'addition d'agents tensio-actifs améliore l'élimination d'encre, mais il existe une limite pratique (concentration micellaire critique), et au-delà de cette limite son addition ne provoque pas d'amélioration importante (36, 44, 47).

2.2.4.6- La dureté

Avec les sels des acides gras, il est nécessaire de maintenir la dureté de l'eau relativement élevée (180 ppm), de sorte qu'une quantité suffisante de savon de calcium soit formée.

Pour monter la dureté de l'eau douce, un électrolyte de calcium (CaCl_2) est généralement utilisé. Il est ajouté immédiatement avant la flottation (48).

2.3- ORIENTATION DU PROJET DE RECHERCHE.

Une revue de la bibliographie a mis en évidence le fait que tous les essais réalisés jusqu'à maintenant dans le domaine du désencrage par flottation ont employé l'air comme phase gazeuse.

Quelques essais de flottation en minéralogie, utilisant comme phase gazeuse l'oxygène ou l'azote au lieu de l'air, ont montré des résultats intéressants. Ces essais ont inspiré l'étude du comportement de la flottation en modifiant la phase gazeuse au cours du désencrage du papier journal. Certains changements de la phase gazeuse, risquent d'entraîner des modifications dans les interactions entre les trois phases de la suspension. Ces changements se traduiront par un changement d'angle de contact, et par conséquent de la flottabilité, qui représente l'efficacité de la flottation.

Pour mener les essais de la présente étude, l'air, l'oxygène, l'azote et le gaz carbonique ont été choisis. Les trois premiers gaz ont des caractéristiques similaires, alors que le gaz carbonique diffère des autres, notamment par sa grande solubilité dans l'eau. Les essais avec ce dernier gaz risquent de donner des résultats intéressants à la flottation (49) (voir tableau 2).

	SOLUBILITE (H ₂ O), vol/vol, 0°C	CARACTERE
AIR	0.032	HYDROPHOBE
OXYGENE	0.031	HYDROPHOBE
AZOTE	0.023	HYDROPHOBE
GAZ CARBONIQUE	1.713	PLUS HYDROPHILE

Tableau 2. Solubilité des gaz utilisés à l'expérimentation.

Cette étude vise également à établir les bases du développement d'un projet de recherche subséquent, dans lequel la combustion submergée sera combinée au procédé conventionnel de désencrage par flottation.

3- EXPÉRIMENTATION

3.1 MATIÈRE PREMIÈRE.

Le papier journal utilisé pour cette étude provenait de la compagnie TR Offset inc., imprimeur du quotidien "Le Nouvelliste " de Trois-Rivières. Il était important d'avoir une source unique, afin de minimiser les variations expérimentales dues à l'irrégularité de la matière première.

Un autre critère très important dans la sélection de la matière première est le temps écoulé depuis l'impression du papier. Avec le temps, le papier journal jaunit (réversion de la couleur), devient moins résistant, et les encres déposées sur sa surface sont plus difficiles à éliminer. Les journaux employés ont été imprimés au maximum un mois avant leur utilisation.

3.1.1- Le support

Le support (papier sans encre) est fabriqué par la compagnie Stone-Consolidated inc., division Belgo, de Shawinigan. Les principales caractéristiques de ce papier journal sont regroupées au tableau 3.

Composition	55 % pâte TMP 25 % pâte mécanique meule 20 % pâte au sulfite
Grammage	48 g/m ²
Humidité	6-7 %
Blancheur	60-61 %

Tableau 3. Caractéristiques du papier journal.

3.1.2- L'encre

Le journal "Le Nouvelliste de Trois-Rivières" est imprimé par le procédé offset. Les encres offset sont très visqueuses et contiennent une forte proportion de pigments. Le pigment noir (noir de carbone) est le plus utilisé, mais les pigments cyan, magenta et jaune sont de plus en plus employés pour l'impression quotidienne (en couleur), en plus petite quantité toutefois.

3.2- L'ÉQUIPEMENT UTILISÉ

3.2.1- Le tritrateur

La remise en pâte du papier journal a été effectuée dans un tritrateur de laboratoire. Cet équipement se compose d'une cuve de 56 litres en acier inoxydable, muni d'une vanne qui permet la vidange rapide de la pâte. Cette vanne et un rotor sont situés dans la partie inférieure du récipient (figure 13).

L'énergie mécanique fournie par le rotor produit une forte agitation, qui, combinée à l'action chimique apportée par les réactifs, permettent une individualisation des éléments présents dans le papier (fibre, encre, charges). L'étape du décrochage de l'encre est donc effectuée dans le tritrateur.

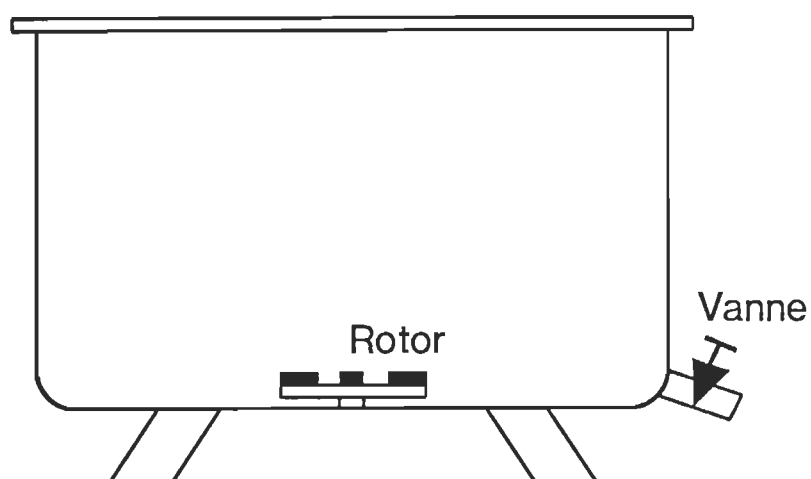


Fig. 13 Tritrateur.

3.2.2- La cellule de flottation

L'élimination de l'encre a été faite à l'aide d'une cellule de flottation de laboratoire "Voith Morden". La cellule a un volume total de 17 litres. Elle est construite en plexiglas.

La pâte est alimentée au haut de la cellule. L'air et la pâte sont mélangés dans la partie inférieure de la cellule, dans une zone de basse pression créée par la rotation de l'agitateur à haute vitesse.

Les particules d'encre accrochées sur les bulles d'air forment un ensemble bulles-particules, qui monte à la surface libre de la cellule par différence de densité, où elles forment une mousse noirâtre. Les particules d'encre sont alors éliminées grâce à un système de raclage qui enlève cette mousse.

La pâte acceptée est constamment recirculée dans la cellule, contrairement aux cellules industrielles où la pâte est envoyée à une autre cellule (figure 14).

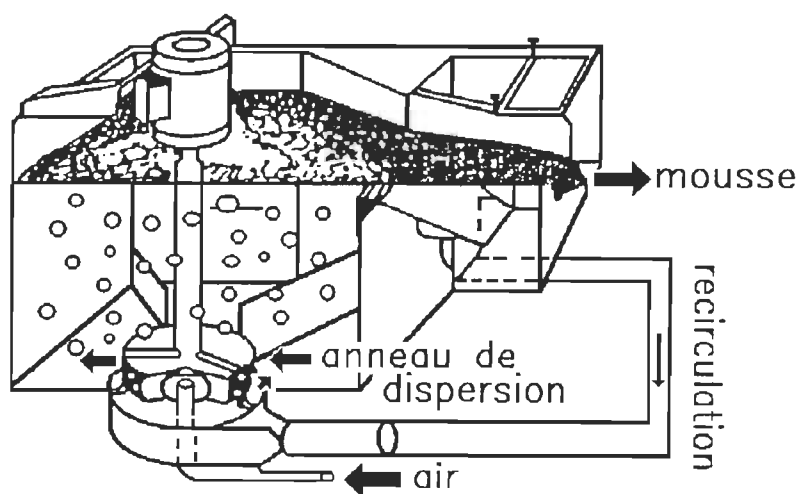


Fig. 14 Cellule de flottation "VOITH"

3.2.3- Le filtre dynamique "Jar"

Dans quelques cas, la pâte désencrée a été lavée suite à l'étape de flottation (troisième partie expérimentale). Lors de l'opération conventionnelle de lavage, il y a toujours formation d'un matelas de fibres qui colmate les mailles du filtre, rendant difficile l'élimination des contaminants.

Le filtre dynamique "Jar" évite la formation de ce matelas en utilisant un agitateur à proximité du tamis. De plus, la vitesse de l'agitateur est contrôlée avec un potentiomètre. L'opération peut être réalisée à la pression atmosphérique, tout aussi bien que sous une pression négative. Le récipient, d'une capacité d'un litre, est construit en acrylique, et les tamis sont interchangeables (figure 15). Pour cette étude, le filtre dynamique "Jar" a été utilisé avec un tamis de 200 mesh et une vitesse d'agitation de 1000 RPM. L'opération a été effectuée sous une pression négative pour accélérer la filtration.

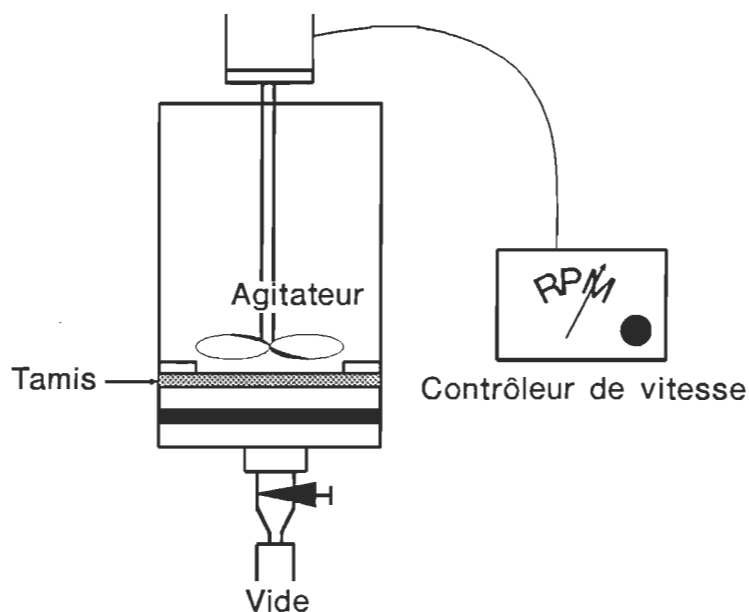


Fig. 15 Filtre dynamique "JAR".

3.3- SÉQUENCE EXPÉRIMENTALE

La séquence expérimentale générale se divise en trois parties: la trituration ou remise en pâte, la dilution et la flottation.

3.3.1 La trituration (remise en pâte).

Les produits suivants sont ajoutés au tritrateur:

- 220 g de papier journal trempé préalablement pendant 24 heures.
- 11 litres d'eau chaude (45 C) pour obtenir une consistance d'opération de 2%.
- Les réactifs chimiques, soit 3% de silicate de sodium (alcali), et un pourcentage de tensio-actifs qui varie selon l'expérience réalisée. Les pourcentages sont exprimés en base sèche par rapport au papier.

Tous les éléments sont ajoutés dans le tritrateur, puis le système est mis en marche. Après deux minutes, le pH de la suspension est mesuré pour s'assurer que celui-ci est toujours entre 10,7 et 11. La trituration est poursuivie pendant 28 minutes, ce qui donne au total 30 minutes d'opération en continu.

Lorsque la remise en pâte est complétée, la suspension est vidangée dans une grosse chaudière de 55 litres. Finalement, le tritrateur est lavé avec 2 ou 3 litres d'eau, pour récupérer les particules collées à la surface interne du tritrateur. Cette eau de lavage est incorporée à la suspension déjà vidangée dans la chaudière.

3.3.2- La dilution

Après la trituration, le volume de la suspension est porté à 40 litres par l'ajout d'eau fraîche. La consistance est vérifiée et ajustée à 0,4 % avec le volume d'eau requis.

Le chlorure de calcium est ajouté pendant cette étape pour obtenir une dureté de 180 ppm. L'addition de chlorure de calcium est effectuée seulement pour les expériences où l'acide oléique est employé.

La suspension résultante doit avoir une température de 40°C et un pH entre 9,6 et 10,3.

Avant de débiter la flottation, la suspension est agitée pendant quelques minutes afin de favoriser la complétion des réactions.

3.3.3- La flottation

La cellule de flottation est remplie avec la suspension diluée, puis l'appareil est mis en marche pour une période de 10 minutes.

La température et la consistance sont relativement stables au cours de la flottation. Cependant, l'utilisation du gaz carbonique diminue le pH, normalement situé entre 9,4 et 10,3, à une valeur d'équilibre acide entre 4,5 et 4,8. Pour les autres gaz, le pH demeure constant.

Pour tous les gaz utilisés (air, O₂, N₂ et CO₂), le débit volumétrique d'alimentation a été de 3,6 litres/minute.

Deux produits sont obtenus après la flottation: les rejets contenant la majorité de l'encre, et la pâte désencrée.

Des formettes standards et des millipores sont faites à partir de la pâte obtenue après et avant flottation.

3.3.4- Le Lavage

Dans quelques expériences, la pâte désencrée est lavée à pH neutre ou alcalin. La façon de procéder est la suivante:

La pâte désencrée repose pendant un temps pré-établi dans chaque cas.

Le récipient d'un litre du filtre dynamique "Jar" est rempli, et la suspension est filtrée avec un tamis de 200 mesh sous une pression négative. La vitesse de l'agitateur est réglée à 1000 RPM. L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'une quantité suffisante de pâte pour la fabrication nombre de feuilles requis pour les mesures de propriétés des pâtes.

L'étape de filtration augmente la consistance de 0,4 à environ 15 %. La pâte filtrée est diluée à 0,4 % de consistance avec de l'eau à pH neutre ou alcalin (pH = 9), selon le cas. La pâte obtenue est prête pour la formation de feuilles.

La figure 16 illustre la séquence générale utilisée.

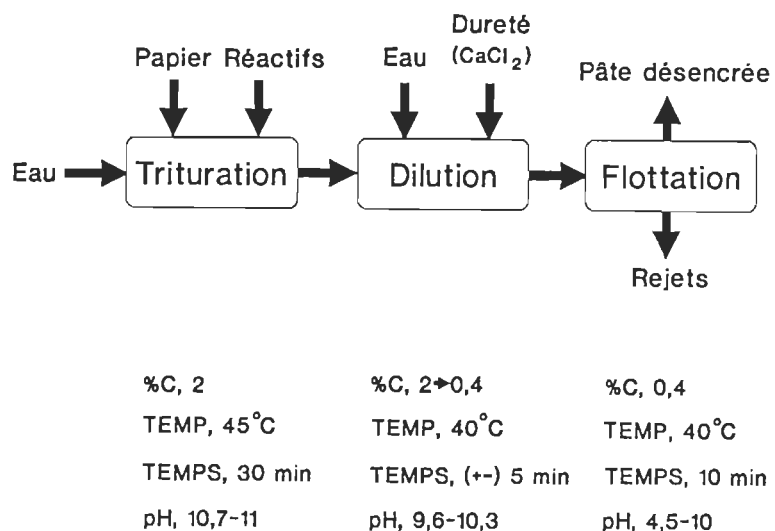


Fig. 16 Séquence expérimentale utilisée.

3.4- ÉVALUATION DU PROCÉDÉ DE FLOTTATION

L'élimination de l'encre par le procédé de flottation modifie certaines propriétés de la pâte, de façon directe ou indirecte.

Dans le but d'évaluer la performance de la flottation, les variations des propriétés suivantes ont été mesurées: la blancheur, la couleur, la surface encrée, la longueur de rupture et l'indice d'éclatement.

3.4.1- Les propriétés optiques (Elrepho)

3.4.1.1- La blancheur

La blancheur est la propriété optique la plus courante pour comparer différents papiers destinés à l'impression ou à l'écriture.

La blancheur est définie comme étant la quantité de lumière d'une longueur d'onde de 457 nm qu'une feuille de papier réfléchit à un angle de 90° par rapport au rayon incident, lorsque la source lumineuse forme un angle de 45° avec la feuille (50).

La présence de particules d'encre sur la surface du papier diminue sa blancheur, mais cette relation peut également être altérée par l'interférence d'autres éléments, tels que les fibres, les charges, les taches ou la distribution de grandeur des particules d'encre.

Le jaunissement provoqué par les alcalis dans le désencrage complique l'utilisation de la blancheur comme paramètre d'évaluation de l'efficacité d'élimination de l'encre. Cependant, ce paramètre est encore le plus utilisé pour la comparaison optique dans le domaine du désencrage.

3.4.1.2- La couleur

La couleur est la différence qui existe dans la composition spectrale de l'énergie radiante captée par l'oeil humain. Il s'agit en fait de la lumière émise à différentes longueurs d'onde et que l'homme interprète de façon subjective. Pour éviter la subjectivité de l'oeil humain, des systèmes trichromatiques sont employés (50).

Le système qui a acquis le plus d'importance dans le domaine des pâtes papiers est le système CIE Lab. Ce système utilise trois coordonnées pour définir la couleur (L^* , a^* , b^*). La figure 17 illustre l'espace défini par les coordonnées L^* , a^* , b^* . L'axe vertical L^* représente la luminosité, et varie du noir au blanc. L'axe horizontal a^* représente le déplacement du vert au rouge. L'axe horizontal b^* représente le déplacement du bleu au jaune. Le blanc parfait se situe à $a^* = 0$, $b^* = 0$ et $L^* = 100$.

Habituellement, la luminosité a une corrélation très élevée avec la blancheur, ce qui diminue son pouvoir additionnel d'interprétation. Par contre, le paramètre b^* est devenu très important dans la caractérisation optique, car il donne une mesure directe du jaunissement de la pâte.

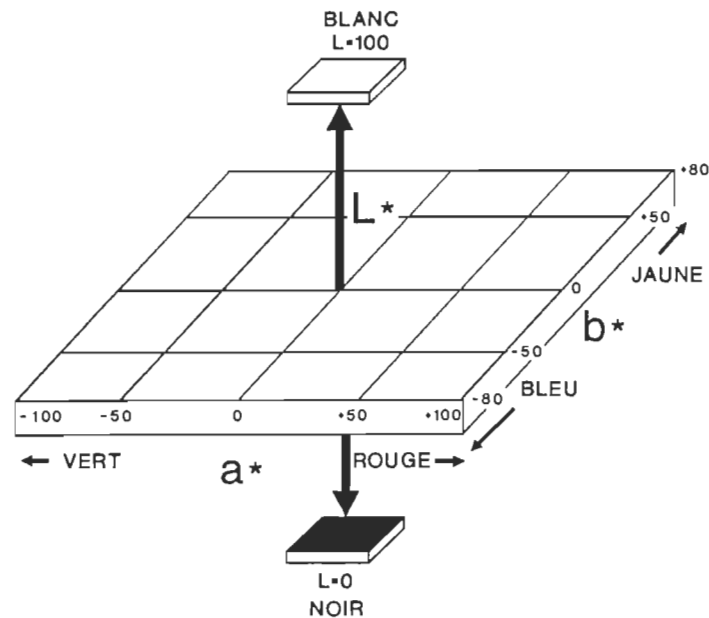


Fig. 17 Système CIE L^* , a^* , b^* , pour la mesure de la couleur.

3.4.2- La surface encrée

La blancheur a été longtemps l'unique paramètre utilisé pour évaluer l'efficacité des procédés de désencrage. Cependant, plusieurs études ont démontré que cette propriété optique est inadéquate pour l'évaluation de la qualité d'une pâte désencrée (51,52,53).

La surface encrée constitue une mesure plus adéquate et plus représentative de l'efficacité d'élimination d'encre des procédés de désencrage. Par contre, c'est un paramètre assez difficile à évaluer.

La surface encrée est définie comme étant la surface totale couverte par les particules d'encre sur une surface mesurée de l'échantillon.

Actuellement, il existe des appareils électroniques appelés "analyseurs d'images" qui mesurent la surface des particules d'encre d'un échantillon de façon semi ou entièrement automatique (54,55,56,57).

La mesure de la surface encrée par l'analyseur d'images est constituée de quatre étapes:

- 1) La vue de l'échantillon par un microscope de haute qualité.
- 2) La transmission de cette image par une caméra à haute résolution à un processeur d'images.
- 3) L'interprétation de l'image vue initialement par le processeur.
- 4) L'analyse et le calcul des résultats par un ordinateur.

L'information donnée par ce type d'équipement facilite la compréhension et l'optimisation des procédés de désencrage.

L'analyseur d'images "OPTOMAX V" a été utilisé dans la présente étude. La méthode utilisée mesure la grosseur des particules dont la grosseur varie entre 7 et 200 μm . Les résultats seront discutés dans les sections ultérieures. La technique utilisée est décrite dans l'annexe I.

3.4.3- Les résistances mécaniques

3.4.3.1- La longueur de rupture

La longueur de rupture est une mesure de la résistance du papier face à une tension directe; elle est définie comme étant la longueur d'une bande de papier requise pour causer sa rupture sous son propre poids.

Les facteurs les plus importants qui affectent la longueur de rupture sont la qualité des liaisons entre les fibres (degré de fibrillation), et la longueur des fibres (50).

Pendant son impression, le papier journal est soumis à de fortes tensions qui sont présentes au niveau des presses rotatives à haute vitesse. Un papier ayant une valeur adéquate de longueur de rupture aura moins de problèmes d'alimentation aux presses rotatives.

3.4.3.2- L'indice d'éclatement

La résistance à l'éclatement est la pression hydrostatique nécessaire pour rompre la surface circulaire d'un échantillon. L'indice d'éclatement est obtenu en divisant cette pression hydrostatique par la masse moyenne du papier (g/cm^2).

Similairement à la longueur de rupture, les plus importants facteurs qui affectent l'éclatement sont l'adhésion fibre-à-fibre et la longueur des fibres (50).

Toutes les propriétés optiques et les résistances mécaniques sont mesurées selon les normes standard TAPPI et/ou CPPA.

3.5- DIVISION DU TRAVAIL EXPÉRIMENTAL

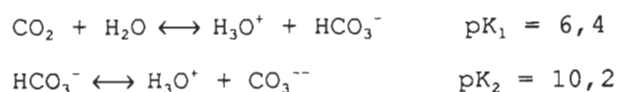
Le travail est divisé en trois parties.

3.5.1- Première partie

La première partie consiste en une évaluation de l'effet du type et de la concentration des agents tensio-actifs (acide oléique et bromure d'héxadécyl triméthyl-ammonium). Les mesures sont effectuées au niveau des propriétés optiques, de la surface encrée et des propriétés de résistance des pâtes obtenues suite à une flottation avec les quatre différents gaz (air, O_2 , N_2 et CO_2).

Généralement, la flottation est faite à pH alcalin, entre 9 et 10, mais lors de l'utilisation du CO_2 comme phase gazeuse, le système est acidifié.

Le CO_2 est relativement soluble dans l'eau. Sa dissolution provoque la formation d'un acide faible, avec un pH de l'ordre de 5. (58).



A ce pH, les agents tensio-actifs utilisés habituellement (sels des acides gras) ne sont pas efficaces.

Des essais préliminaires ont montré qu'à pH acide, il n'y pas de formation de mousse, ce qui rend la séparation d'encre presque nulle. Un autre agent tensio-actif a été utilisé par la suite, le bromure d'hexadécyl triméthyl-ammonium (BHTA). Ce réactif a des caractéristiques compatibles avec les nouvelles conditions du système.

Le pH avant la flottation a été maintenu constant, entre 9 et 10, de même que lors de la flottation avec l'air, l' O_2 et le N_2 , mais il a diminué très rapidement jusqu'à 4,5-5 lors de la flottation avec le CO_2 .

Toutes les conditions expérimentales de la première partie sont illustrées au tableau 4.

	REACTIFS	PARAMETRES
TRITURATION	Papier (220 grammes secs)	Temp., 45 °C
	Acide oléique (0 et 2 %)	Temps, 30 min.
	BHTA (0, 0,6 et 1,2 %)	Consistance, 2 %
	Silicate de sodium (3 %)	pH, 10,7-11
	Eau (11 l)	
FLOTTATION	Chlorure de calcium (180 ppm) (si l'acide oléique est ajouté)	Temp., 40 °C
	Eau de dilution	Temps, 10 min.
		Consistance, 0,4%
		pH, 4,5-10
		Phase Gazeuse: air, O ₂ , N ₂ , CO ₂
	VARIABLES	

Les % sont référés aux grammes de papier sec.

Tableau 4. Conditions de la première partie expérimentale.

3.5.2- Deuxième partie

A la lumière des résultats obtenus dans la première partie, l'influence du pH a été mesurée sur les propriétés optiques et de résistance des flottations réalisées pour les quatre différents gaz.

Les quantités d'acide oléique et BHTA sont demeurées constantes, avec 2 et 0,6 % respectivement. Les conditions établies pour la deuxième partie sont présentées au tableau 5.

	REACTIFS	PARAMETRES
TRITURATION	Papier (220 grammes secs)	Temp., 45 °C
	Acide oléique (2 %)	Temps, 30 min.
	BHTA (0,6 %)	Consistance, 2 %
	Silicate de sodium (3 %)	pH, 10,7-11
	Eau (11 l)	
FLOTTATION	Chlorure de calcium (180 ppm)	Temp., 40 °C
	Eau de dilution	Temps, 10 min.
		Consistance, 0,4 %
		pH avant flottation: 4,8 6,9 et 9,8
		Phase Gazeuse: air, O ₂ , N ₂ , CO ₂
	VARIABLES	
	Les % sont referés aux grammes de papier sec.	

Tableau 5. Conditions de la deuxième partie expérimentale.

3.5.3- Troisième partie

Les deux premières parties ont permis de démontrer que les flottations effectuées en utilisant le gaz carbonique comme phase gazeuse donnent les meilleures propriétés optiques, mais les plus faibles propriétés de résistance par rapport aux autres gaz. Le but de la troisième partie est d'expliquer l'affaiblissement des résistances mécaniques et de chercher une solution possible à ce problème lors de l'utilisation du gaz carbonique.

Les conditions de la troisième partie sont illustrées au tableau 6.

	REACTIFS	PARAMETRES
TRITURATION	<ul style="list-style-type: none"> Papier (220 grammes secs) Acide oléique (2 %) BHTA (0,6 %) Silicate de sodium (3 %) Eau (11 l) 	Temp., 45 °C Temps, 30 min. Consistance, 2 % pH, 10,7-11
FLOTTATION	<ul style="list-style-type: none"> Chlorure de calcium (180 ppm) Eau de dilution 	Temp., 40 °C Temps, 10 min. Consistance, 0,4 % pH, 4,5-10 <div>Phase Gazeuse: air et CO₂</div>
LAVAGE	<ul style="list-style-type: none"> Neutre Eau chaude de dilution Alcalin Eau chaude de dilution plus soude caustique 	<div>Temps de repos: 0, 1 et 4 jours</div> <div>pH: Neutre, 7 Alcalin, 9</div>
<div>VARIABLES</div> <p>Les % sont référés aux grammes de papier sec.</p>		

Tableau 6. Conditions de la troisième partie expérimentale.

3.6- ANALYSE STATISTIQUE

Avec la modernisation des usines, il est maintenant possible d'obtenir une abondance d'informations autour d'un procédé. Une multitude d'instruments perfectionnés mesurent d'une façon continue ou par intermittence des caractéristiques comme la température, le pH, la pression, le voltage, l'humidité, etc.

En raison de la puissance et de la rapidité des ordinateurs modernes, plusieurs travaux de recherche ont été réalisés sans planification

préalable, donc sans description du genre d'analyse souhaitable pour obtenir une information précise.

3.6.1- Introduction

L'analyse statistique vise à développer un modèle empirique, qui permettra de décrire l'influence d'une ou plusieurs variables sur une autre variable ou sur un certain procédé. Cette façon d'envisager la situation fait appel à la régression linéaire, qui consiste essentiellement en l'investigation de la dépendance d'une variable sur une combinaison linéaire de variables indépendantes. Ces variables indépendantes sont sous contrôle lors de l'expérimentation. Le mot linéaire est associé aux paramètres (coefficients) dans le modèle, et non aux variables indépendantes.

3.6.2- Planifier une analyse de régression

Avant de passer à l'analyse proprement dite, il est préférable de planifier l'expérience en fonction du modèle de régression qui risque de décrire le phénomène.

La variable dépendante Y sera mesurée pour des valeurs de X choisies. Il faudra considérer le nombre de niveaux à étudier, la distance entre ces niveaux et le nombre de fois que l'expérience devra être répétée pour chaque niveau. La répétition de l'expérience permet une estimation de l'erreur expérimentale et un test pour le manque d'ajustement du modèle.

3.6.2.1- Planification expérimentale

Le but de la planification expérimentale est d'obtenir le maximum d'information en utilisant la main d'oeuvre et les facilités disponibles. Il faut éviter l'accumulation de données dont l'analyse n'a pas été planifiée. La planification d'une expérience comporte trois phases importantes: la phase d'analyse, la phase de synthèse et la phase d'évaluation. Les caractéristiques de chacune de ces phases sont les suivantes :

A) La phase d'analyse :

- Formulation du problème expérimental;
- Analyse de l'expérience.

B) La phase de synthèse :

- Conception du modèle expérimental, constitué de la structure des observations et du modèle analytique décrivant les observations.

C) La phase d'évaluation :

- Élaboration de l'expérience;
- Interprétation systématique des résultats.

3.6.2.1.1- La phase d'analyse

Le problème expérimental est spécialement relié aux buts à atteindre pour satisfaire certains besoins spécifiques.

L'expérience est le procédé d'observation et d'analyse qui fournit l'information nécessaire pour obtenir la solution (ou les solutions) au problème expérimental.

Les méthodes statistiques modernes permettent de planifier des expériences qui éprouvent un grand nombre de variables simultanément.

Les variables indépendantes ou "facteurs" représentent différentes possibilités d'action à l'intérieur de l'expérience, et les variables dépendantes constituent les objectifs de l'expérience.

3.6.2.1.2- La phase de synthèse

La phase de synthèse vise à trouver la façon d'obtenir la solution du problème envisagé. Pendant cette phase, la structure des observations est examinée, de même que le nombre de résultats à obtenir pour la variable dépendante (c'est-à-dire le nombre de cellules dans l'expérience qui dépendent du nombre de facteurs (variables) et du nombre de niveaux par facteur).

Il faut également considérer un modèle analytique qui tienne compte de la dépendance que peut avoir la variable dépendante avec les différents facteurs dans l'expérience. Le modèle permet d'identifier les différentes sources de variation qui peuvent exister dans les données. Les différentes sources de variation sont en général les composantes suivantes :

- 1) un effet commun;
- 2) l'influence des facteurs dans le modèle;
- 3) l'influence du manque d'ajustement;

- 4) l'erreur expérimentale.

3.6.2.1.3- La phase d'évaluation et d'élaboration de l'expérience

Lors de l'expérience, trois points devront être respectés :

- 1) s'assurer que chaque combinaison expérimentale a la même chance de montrer son influence;
- 2) déterminer dans quelle séquence le matériel expérimental sera soumis aux différentes combinaisons de niveaux;
- 3) s'assurer du réglage de l'instrumentation et de la précision avec laquelle est mesurée chaque donnée.

La technique à utiliser pour satisfaire les exigences 1) et 2) est la "randomisation". Celle-ci permet d'obtenir des observations distribuées indépendamment, de rendre un test statistique et d'obtenir des estimations de paramètres sans biais.

3.6.2.2- Analyse de régression

L'analyse de l'influence des facteurs (variables) est faite à l'aide d'un programme de régression. Le nombre de niveaux d'un facteur quelconque permet de déterminer si les effets sont linéaires, quadratiques, cubiques, ... De plus, la planification expérimentale permet d'analyser les interactions possibles entre les différents facteurs.

Le modèle linéaire de régression multiple s'écrit de façon générale:

$$Y = B_0 + B_1X_1 + B_2X_2 + \dots + B_kX_k + \epsilon$$

et représente la dépendance linéaire entre la variable dépendante Y et k variables indépendantes, X_1, X_2, \dots, X_k .

Les paramètres $B_0, B_1, B_2, \dots, B_k$ sont les coefficients de régression de la population et ϵ est une variable aléatoire qui mesure l'écart entre la valeur prédite et la valeur expérimentale de la variable dépendante, à l'aide des k variables indépendantes. ϵ est appelé erreur résiduelle, et comprend à la fois l'erreur expérimentale et l'erreur de prédiction du modèle due au manque d'ajustement.

3.6.2.3- Analyse de corrélation

L'analyse de régression détermine une équation de prédiction. Celle-ci permet d'établir une relation entre une variable dépendante et une ou plusieurs variables indépendantes. Il faut également déterminer s'il y a une association possible entre deux variables.

L'analyse de corrélation suppose que les deux variables X et Y sont aléatoires et proviennent d'une population normale à deux dimensions. Le degré d'association entre les deux variables est mesuré par le coefficient de corrélation. Dans un problème de régression multiple, il est intéressant d'examiner la matrice de corrélation des variables indépendantes. Par exemple, si pour deux variables quelconques X_i et X_j , le coefficient de corrélation R_{ij} est près de 1, alors une seule de ces variables est requise dans le modèle.

3.6.3- Modèle étudié

Une analyse de régression multiple (Step Wise) a été réalisée dans le but de mieux comprendre l'impact de chaque variable étudiée (variables d'entrée) sur les propriétés évaluées de la pâte obtenue avant et après la flottation (variables de sortie).

Quoique l'étude comporte trois parties, seules les deux premières font l'objet d'analyses statistiques.

La première partie constitue une évaluation de l'effet du type et de la concentration des agents tensio-actifs, acide oléique (A.O.) et bromure d'hexadécyl triméthyl-ammonium (BHTA) sur les propriétés optiques, la surface encrée et les résistances mécaniques des pâtes flottées pour chaque gaz (air, O₂, N₂ et CO₂).

Les concentrations d'acide oléique (X₁) et de bromure d'hexadécyl triméthyl-ammonium (X₂) ont été fixées respectivement à 0 ou 2, et à 0, 0,6 ou 1,2 %. Les quatre gaz étant des variables qualitatives, elles étaient représentées par trois variables auxiliaires ayant des valeurs 0 ou 1, selon la représentation suivante:

gaz	X ₃	X ₄	X ₅
air	0	0	0
CO ₂	1	0	0
O ₂	0	1	0
N ₂	0	0	1

Le modèle linéaire inclue vingt-trois facteurs indépendants attribuables aux variables à deux niveaux X₁, X₃, X₄ et X₅, à la variable X₂, qui a trois niveaux, et aux interactions résultantes. Les vingt-trois

facteurs ou variables sont présentés aux tableaux 14, 15 et 16 de l'annexe II.

La deuxième partie a porté sur l'influence du pH sur les propriétés optiques et les résistances mécaniques des pâtes flottées pour les quatre gaz.

Le modèle linéaire inclue onze facteurs indépendants, attribuables aux variables à deux niveaux X_2 , X_3 , et X_4 , à la variable X_1 qui a trois niveaux, et aux interactions résultantes. Ces 11 facteurs sont présentés aux tableaux 17, 18 et 19 de l'annexe II.

Les valeurs analysées des variables dépendantes (propriétés étudiées) sont les différences entre les mesures obtenues pour ces propriétés après et avant la flottation (la ligne de base). Les modèles obtenus par analyses statistiques permettent de prédire ces différences, mais pour la représentation graphique, ces différences sont additionnées à la ligne de base. La ligne de base est tracée à l'aide des moyennes des points expérimentaux.

Cette analyse propose une équation du type :

$$Y = B_0 + B_1X_1 + B_2X_2 + B_3X_1^2 + B_4X_2^2 + B_5X_1 \cdot X_2 + B_6X_1^2 \cdot X_2 + B_7X_1 \cdot X_2^2 + B_8X_1^2 \cdot X_2^2 + \epsilon$$

où X_1 et X_2 : variables d'entrée

Y : variable de sortie

B_n : coefficient de corrélation "n"

ϵ : erreur expérimentale

L'équation proposée fait intervenir, selon le cas, les termes linéaires (X_1 , X_2 , etc.), les termes quadratiques (X_1^2 , X_2^2), les interactions ($X_1 \cdot X_2$), $X_1^2 X_2$, $X_1 X_2^2$, $X_1^2 X_2^2$, etc..

Les coefficients de corrélation (B_n) déterminent la relation qui existe entre deux ou plusieurs variables.

Ces coefficients vont afficher des valeurs positives ou négatives statistiquement significatives lorsqu'elles sont plus grandes ou égales à une valeur dépendante du seuil de signification désirée. Une valeur positive du coefficient de corrélation indique une influence positive du paramètre observé, et inversement pour une valeur négative.

Dans cette étude, le coefficient d'explication (R_2) a été calculé pour chaque équation proposée, de façon à vérifier si cette dernière représentait de façon acceptable le comportement des variables étudiées.

Le coefficient d'explication présente des valeurs absolues situées entre 0 et 1 ($0 \leq |R^2| \leq 1$). Si l'équation proposée représente parfaitement le comportement de la variable étudiée ($\epsilon=0$), la valeur absolue sera 1, et s'il n'y a aucune relation entre l'équation proposée et la variable étudiée, la valeur absolue sera 0.

L'annexe II montre les tableaux de données expérimentales, les coefficients de corrélation de chaque équation proposée et les coefficients d'explication pour chaque variable étudiée.

4- RÉSULTATS

Une analyse statistique a été effectuée sur les données brutes. Les résultats obtenus sont présentés graphiquement.

4.1- Codes

Les codes utilisés pour identifier les échantillons sont "Av. F." (avant flottation) et "F." (après flottation). Dans le cas des échantillons après flottation, le gaz utilisé pour la phase gazeuse est identifié par un des codes suivants : "F. Air", "F.O₂", "F. N₂" et "F. CO₂", représentant respectivement les quatre gaz employés.

Les équations obtenues lors de l'analyse statistique ont été utilisées pour calculer les valeurs représentées par les lignes continues. Les symboles autour des lignes représentent les valeurs observées. A chaque échantillon est associé un symbole différent.

◇ Av. F.

△ F. O₂

○ F. N₂

× F. AIR

□ F. CO₂

4.2- PREMIÈRE PARTIE EXPÉRIMENTALE

Les variables expérimentales considérées dans cette partie sont: le taux de BHTA (0, 0,6 et 1,2 %), la phase gazeuse (air, oxygène (O_2), azote (N_2), bioxyde de carbone (CO_2)), et le taux d'acide oléique (0 et 2 %). Les effets de modifications de ces variables sont évalués à l'aide de certaines propriétés du papier, soit: la blancheur, la luminosité (L^*), le jaunissement ou la couleur (b^*), la surface encrée, l'indice d'éclatement et la longueur de rupture. Pour chacune de ces propriétés, deux graphiques distincts ont été tracés; ceux-ci illustrant séparément l'expérimentation avec 0 % et 2 % d'acide oléique. Sur ces graphiques, les variables expérimentales et les mesures des propriétés sont portées respectivement en abscisse (axe X) et en ordonnée (axe Y).

4.2.1- Blancheur

La figure 18 indique qu'en absence d'acide oléique (A. O.), l'addition, à différents taux, de bromure d'hexadécyl triméthyl-ammonium (BHTA) influence peu la blancheur après flottation et ce, pour l'air, l'oxygène (O_2) et l'azote (N_2). Dans tous les cas, les blancheurs mesurées sur les échantillons après flottation sont supérieures à celles obtenues avant flottation. L'élimination de l'encre au cours de la flottation explique cette augmentation de la blancheur. Les particules d'encre sont foncées, et leur présence dans la pâte en abaisse la blancheur.

Les essais de flottation avec le bioxyde de carbone (CO_2) ont produit des pâtes ayant une blancheur supérieure à celle des autres gaz. En effet, le bioxyde de carbone (CO_2) a permis d'obtenir une blancheur de 54 à 55 %, comparativement à environ 52 % pour les trois autres gaz.

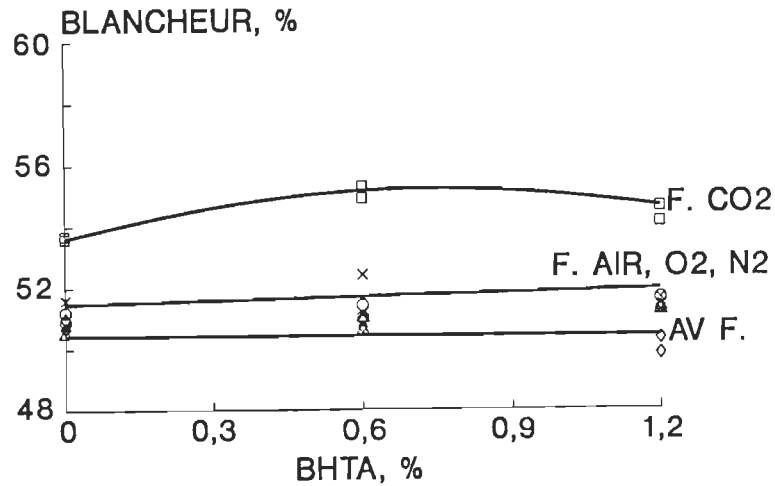


Fig. 18 Blancheur vs % BHTA
et acide oléique 0 %

La figure 19 montre que l'addition d'acide oléique améliore la flottation et, par conséquent, la blancheur des pâtes. La blancheur des pâtes flottées se situe entre 55 et 56 % pour le bioxyde de carbone (CO_2), et entre 52 et 54 % pour les trois autres gaz.

L'acide oléique favorise le décrochage de l'encre lors de la trituration, alors que le BHTA est moins efficace au cours de cette étape. Il faut noter cependant que le BHTA a un impact plus marqué lorsqu'il est utilisé en présence d'acide oléique (effet synergique). Selon les caractéristiques de chaque agent tensio-actifs, l'acide oléique agirait comme collecteur d'encre et le BHTA faciliterait, en formant de la mousse en abondance, la sortie de l'encre déjà collectée.

En résumé, les essais effectués avec le bioxyde de carbone (CO_2) ont permis d'obtenir des pâtes d'une blancheur supérieure à celles flottées avec les autres gaz. Dans ces derniers cas, les blancheurs sont similaires entre elles et ce, pour les essais effectués avec ou sans acide oléique.

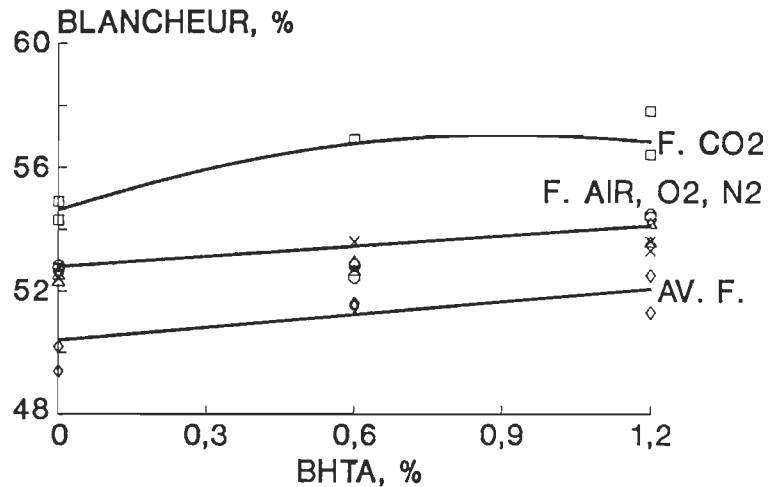


Fig. 19 Blancheur vs % BHTA
et acide oléique 2 %

4.2.2- Luminosité (L^*)

La figure 20 illustre les résultats de luminosité, obtenus pour des pâtes flottées sans acide oléique et avec un taux de BHTA variant de 0 à 1,2%.

L'augmentation du taux de BHTA ne donne aucun bénéfice additionnel. Comme dans le cas de la blancheur, l'utilisation du bioxyde de carbone (CO_2) permet d'obtenir des valeurs de luminosité supérieures à celles atteintes avec les autres gaz. Dans ces cas, les valeurs de luminosité obtenues sont identiques et ce pour l'air, l'azote ou l'oxygène.

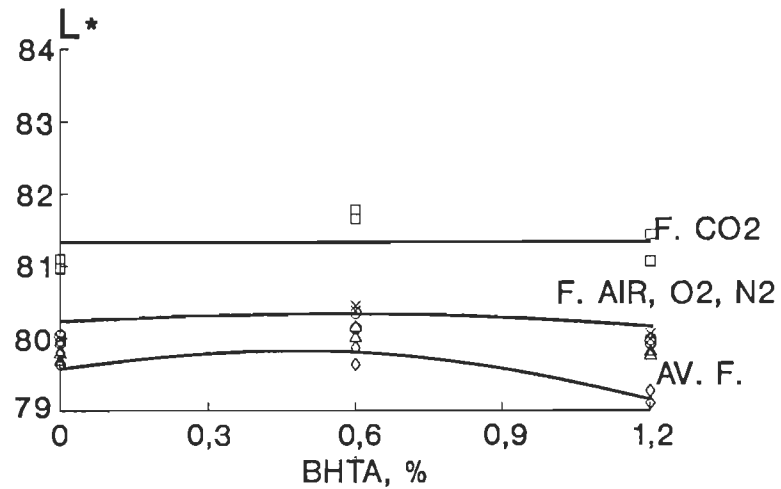


Fig. 20 Luminosité vs % BHTA
et acide oléique 0 %

L'addition de 2 % d'acide oléique augmente la luminosité de toutes les pâtes flottées (Figure 21). Ce sont les flottations avec le bioxyde de carbone (CO_2) qui présentent les meilleures valeurs de luminosité.

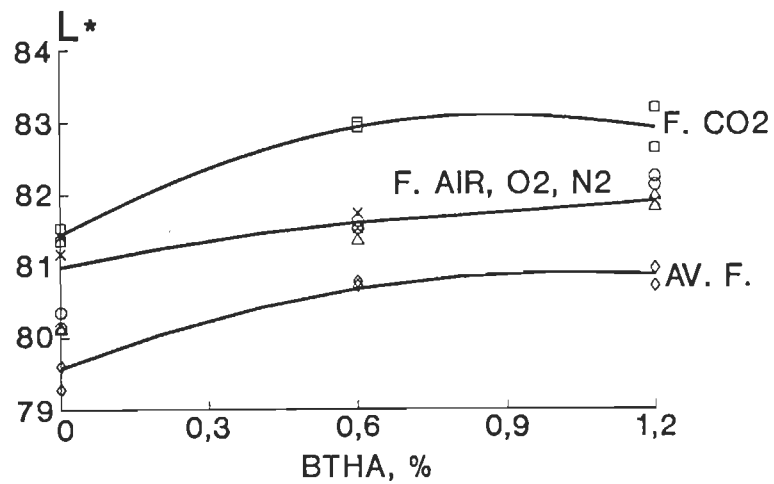


Fig. 21 Luminosité vs % BHTA
et acide oléique 2 %

La luminosité présente un comportement semblable à celui de la blancheur, et est également affectée par la présence de points d'encre dans les pâtes.

4.2.3- b^* (couleur)

Le paramètre b^* donne une mesure directe du jaunissement de la pâte. Des valeurs positives élevées de b^* indiquent une teinte jaune prononcée.

D'après la figure 22, les pâtes flottées avec du bioxyde de carbone (CO_2) donnent les valeurs de b^* les plus faibles. De plus, l'écart entre ces résultats et ceux obtenus avec les autres gaz est assez prononcé. En effet, la teinte jaune se situe entre 5 et 5,5 pour les pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2) et aux environs de 6 pour les autres gaz. Le bioxyde de carbone (CO_2) est donc responsable d'une réduction de la teinte jaune de 0,5 à 1 unité. Cet écart est attribuable à l'acidification provoquée par la solubilisation du bioxyde de carbone (CO_2). Un système légèrement acide empêche la formation de groupes chromophores de la lignine, qui, en milieu basique, sont responsables du jaunissement de la pâte (60).

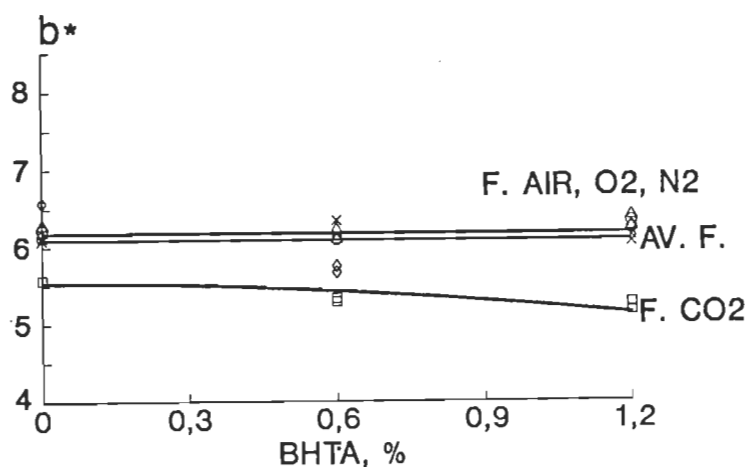


Fig. 22 b^* (couleur) vs BHTA et acide oléique 0 %

La figure 23 montre que l'addition d'acide oléique provoque un jaunissement plus marqué avec l'oxygène (O_2), l'azote (N_2) et l'air; b^* se situe à 7,5, comparativement à 6 en l'absence d'acide oléique. Le b^* des pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2) n'est pas affecté par la présence d'acide oléique. L'explication apportée dans ce cas est que l'acide oléique, qui est de couleur jaune clair, est adsorbé par les fibres en milieu basique, de façon telle que la valeur de b^* est augmentée par ce produit lors de la mesure de ce paramètre.

Les figures 22 et 23 indiquent que l'addition de BHTA n'a pas d'influence notable sur le paramètre b^* .

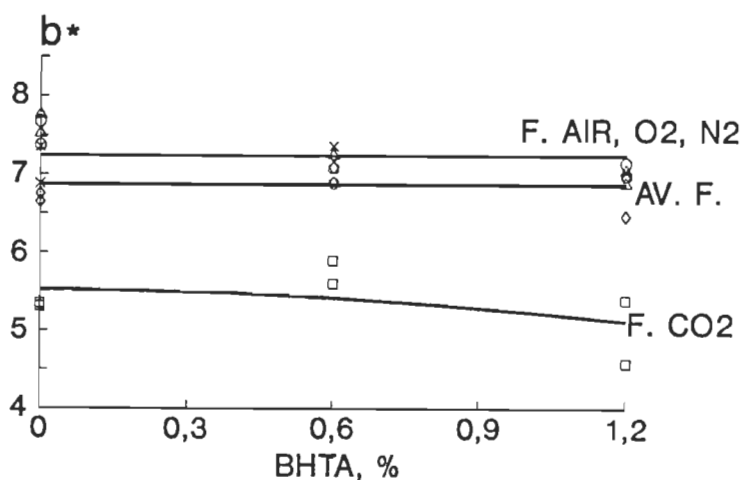


Fig. 23 b^* (couleur) vs BHTA et acide oléique 2 %

Ces résultats permettent d'établir l'hypothèse suivante: la blancheur et la luminosité plus élevées ou le jaunissement plus faible des pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2) est attribuable au gaz lui-même, ou à l'acidité générée par sa solubilité. Cette hypothèse sera vérifiée plus loin.

4.2.4- Surface encrée

La surface encrée (SE) des millipores est évaluée avant et après flottation. Ces valeurs permettent de calculer le pourcentage (%) d'élimination d'encre de chaque flottation et ce, de la façon suivante:

$$\% \text{ D'ÉLIMINATION D'ENCRE} = ((\text{SE AV. F.} - \text{SE F.}) / \text{SE AV. F.}) * 100$$

La figure 24 illustre les résultats obtenus en utilisant 2 % d'acide oléique. Lorsqu'il n'y a pas d'addition de BHTA (agent tensio-actif cationique), le pourcentage d'élimination d'encre, obtenu lors de la flottation réalisée avec le bioxyde de carbone (CO_2), est très faible (environ 30 %). Cependant, une addition de 0,6 % de BHTA (ou plus) permet d'obtenir, pour toutes les flottations, des pourcentages d'élimination très satisfaisants (plus de 85 %). Cette situation justifie l'utilisation du BHTA qui, de plus, opère bien sous des conditions acides.

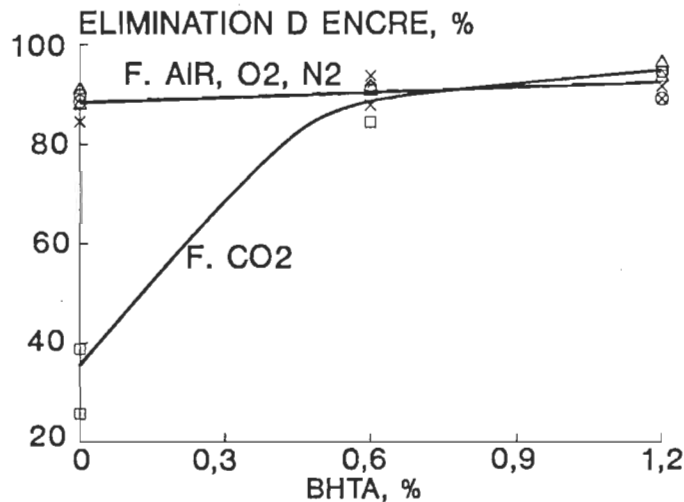


Fig. 24 Elimination d'encre vs % BHTA et acide oléique 2 %

Il faut noter toutefois que l'analyse statistique a démontré que certains résultats obtenus ne présentent pas de tendances attribuables aux variables étudiées. Une étude plus détaillée de la technique de mesure a révélé des faiblesses dans la méthode utilisée.

Les plus grandes sources d'erreur sont :

- lors de quelques essais, la quantité de particules d'encre, dont le diamètre était inférieur à 7 μm , était très importante (la méthode utilisée mesurant la grosseur des particules entre 7 et 200 μm);
- lorsque les particules d'encre sont collées à la surface des fibres, il y a interférence de ces dernières sur la mesure effectuée;
- la surface lue sur chaque millipore est d'environ 1 %. Ceci donne dans certains cas un manque de reproductibilité;
- les petites particules d'encre de formes irrégulières ne sont pas mesurées. (facteur de forme $< 0,55$).

Par exemple, la mesure des propriétés s'avère plus problématique dans le cas des échantillons où l'acide oléique est absent. Lorsqu'il y a absence d'acide oléique, l'agglomération d'encre est presque nulle (pas de collection) et les particules d'encre ont une dimension plus faible. De plus, le décrochage des particules d'encre se fait plus difficilement. Ceci fait en sorte qu'une plus grande quantité reste collée aux fibres.

La méthode doit être améliorée pour assurer une mesure adéquate dans toutes les situations.

4.2.5- Indice d'éclatement

La figure 25 montre que l'indice d'éclatement des pâtes flottées et non-flottées diminue de façon linéaire avec l'addition de BHTA et ce, pour tous les gaz utilisés. De plus, la flottation réalisée avec le bioxyde de carbone (CO_2) donne les résultats les plus faibles et présente un écart très prononcé par rapport aux autres gaz. Les flottations faites avec l'air, l'oxygène (O_2) et l'azote (N_2) montrent un comportement très similaire entre elles, et sont également similaires aux pâtes avant flottation.

L'addition de BHTA fait passer l'indice d'éclatement de 2,1 $\text{kPa}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ (0 % BHTA) à 1,6 $\text{kPa}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ (1,2 % BHTA) pour le bioxyde de carbone (CO_2), et de 2,5 $\text{kPa}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ (0 % BHTA) à 2,0 $\text{kPa}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ (1,2 % BHTA) pour les autres gaz.

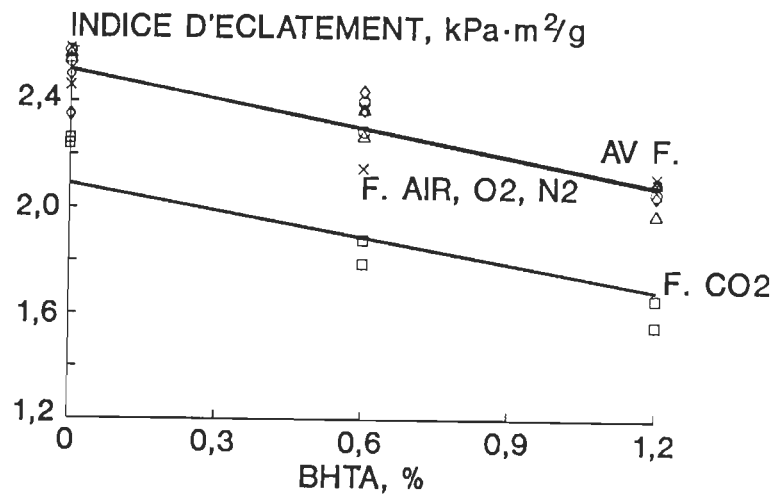


Fig. 25 Indice d'éclatement vs % BHTA et acide oléique 0 %

L'addition de 2 % d'acide oléique diminue également les valeurs d'indice d'éclatement pour tous les cas, tel qu'illustré à la figure 26.

L'indice varie de 1,9 à 1,5 kPa.m²/g pour le bioxyde de carbone (CO₂) et de 2,2 à 1,8 kPa.m²/g pour les autres gaz, pour des taux de BHTA variant de 0 à 1,2 %. Ceci représente une baisse de 0,1 et 0,2 kPa.m²/g pour le bioxyde de carbone (CO₂), et de 0,2 et 0,3 kPa.m²/g pour les autres gaz.

L'addition de BHTA provoque, comme pour la surface encrée, une diminution linéaire de l'indice d'éclatement. Une fois de plus, les valeurs les plus faibles sont obtenues par la flottation faite avec le bioxyde de carbone (CO₂). L'écart obtenu entre les indices d'éclatement des pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO₂) et celles flottées avec les autres gaz est réduit en présence de BHTA.

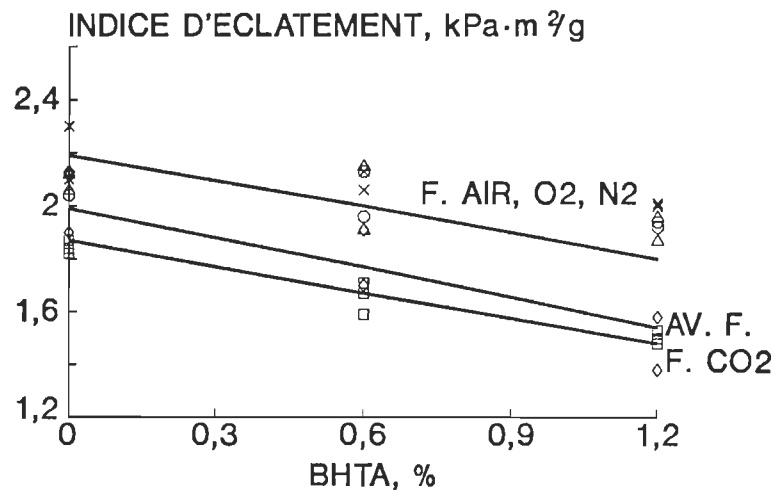


Fig. 26 Indice d'éclatement vs % BHTA et acide oléique 2 %

4.2.6- Longueur de rupture

La longueur de rupture a un comportement assez similaire à celui de l'indice d'éclatement.

La figure 27 montre une diminution de la longueur de rupture en fonction de l'addition de BHTA. La flottation faite avec le bioxyde de carbone (CO_2) donne des valeurs plus faibles d'environ 0,9 km par rapport aux autres flottations. Avec les autres gaz, les résultats sont similaires avant et après flottation, et varient entre 4,0 et 4,5 km pour des concentrations décroissantes de BHTA.

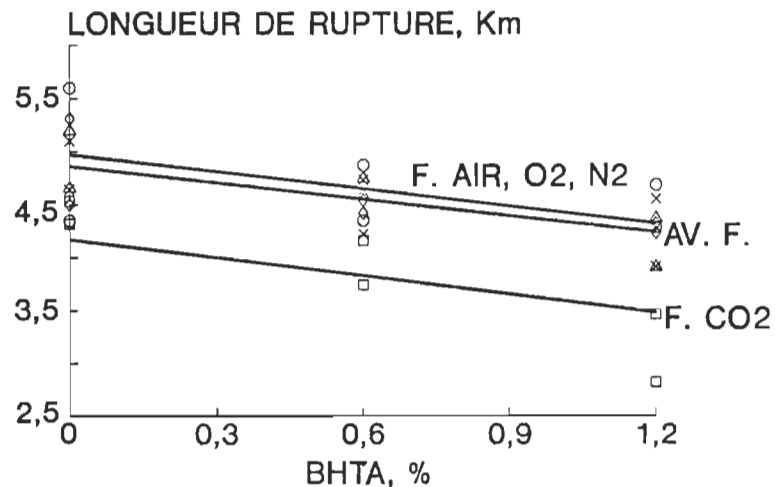


Fig. 27 Longueur de rupture vs % BHTA et acide oléique 0 %

L'addition de 2 % d'acide oléique diminue considérablement cette propriété (figure 28). La longueur de rupture des pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2) est réduite à 3,5 et 2,7 km pour 0 et 1,2 % de BHTA

ajouté respectivement. L'utilisation des autres gaz a donné des longueurs de rupture variant entre 3,7 et 3,8 km pour les différents taux de BHTA.

L'addition d'un taux croissant de BHTA dans le système provoque une baisse de la longueur de rupture pour toutes les séries d'essais effectués. Les résultats les plus faibles correspondent à la pâte flottée avec le bioxyde de carbone (CO_2). Celles-ci, en présence d'acide oléique, ont des valeurs de longueur de rupture semblables à celles des pâtes avant flottation, alors que sans acide oléique, ce sont les pâtes flottées avec les autres gaz qui adoptent un comportement similaire à celui de la pâte avant flottation.

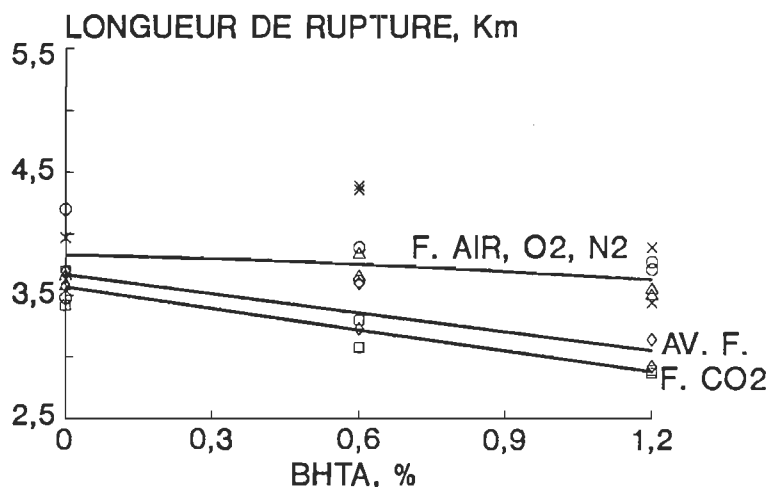


Fig. 28 Longueur de rupture vs % BHTA et acide oléique 2 %

Les résultats présentés jusqu'à maintenant montrent que l'utilisation d'agents tensio-actifs provoque un affaiblissement des résistances

mécaniques, dû à une détérioration de la qualité des liens interfibres.

La faible résistance des pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2) est due à la dégradation des fibres en milieu acide ou à la plus grande adsorption d'agent tensio-actif en milieu acide, causées par la solubilisation du gaz. Dans le cas des autres gaz, c'est l'adsorption d'agent tensio-actif sur la fibre qui réduit les propriétés de résistance.

4.3- DEUXIÈME PARTIE EXPÉRIMENTALE

La deuxième partie avait pour but de vérifier l'influence du pH avant flottation sur les flottations avec les quatre gaz (air, oxygène, azote et bioxyde de carbone). Les mesures expérimentales ont été effectuées sur des propriétés étudiées en première partie, soit; la blancheur, la luminosité (L^*), le jaunissement ou la couleur (b^*), l'indice d'éclatement et la longueur de rupture.

Les différentes valeurs de pH sont portées en abscisse (axe X), alors que les propriétés mesurées expérimentalement se retrouvent en ordonnée (axe Y). Pour cette partie, le taux de BHTA a été fixé à 0,6 %, soit une valeur intermédiaire, pour éviter une détérioration trop marquée des propriétés de résistance. Pour chaque essai, il y a eu addition de 2 % d'acide oléique.

4.3.1- Blancheur

D'après la figure 29, le pH avant flottation a peu d'influence sur la blancheur des pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2). La blancheur moyenne obtenue se situe à 57,5 %. Après son injection dans la cellule de

flottation, le bioxyde de carbone (CO_2) se solubilise partiellement dans un court laps de temps, et amène le pH d'opération à une valeur acide (entre 4 et 5) en moins de deux minutes, peu importe le pH initial. Pour l'air, l'oxygène et l'azote, le pH demeure constant avant et après flottation. Le passage d'un pH acide (4,8) à un pH alcalin (9,8) pour ces trois gaz provoque une baisse de blancheur de 57,5 à 53,0 %.

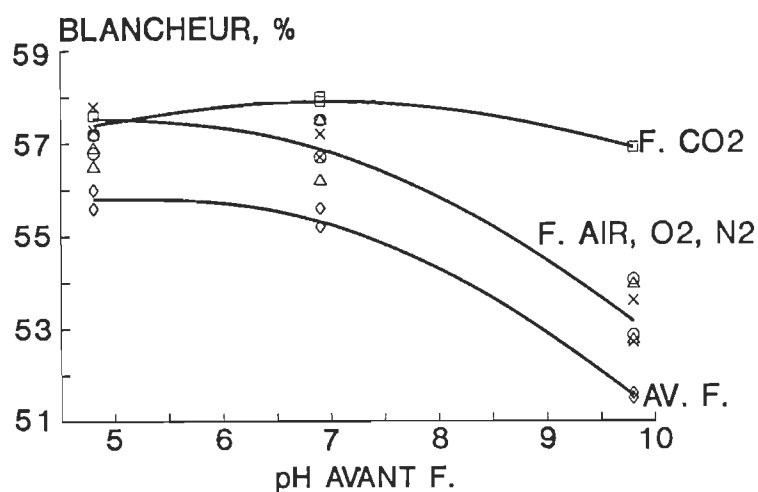


Fig. 29 Blancheur vs pH avant flottation
Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %

Les pâtes non-flottées sont affectées par le pH de la même façon que les pâtes flottées avec les trois gaz, quoique leur blancheur soit inférieure à celle des dernières par environ 1 %. Cet écart est dû à l'enlèvement d'encre au cours de la flottation.

L'acidification qui se produit pendant la flottation avec le bioxyde de carbone (CO_2) est donc bénéfique au point de vue de la blancheur.

4.3.2- Luminosité (L^*)

La luminosité est reliée directement à la blancheur. Cette relation est confirmée à la figure 30, où les résultats sont similaires à ceux de la figure 29, montrant la blancheur des pâtes.

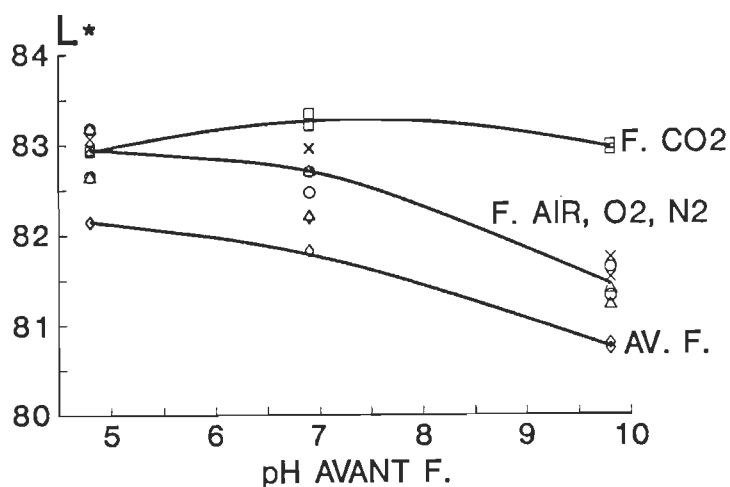


Fig. 30 Luminosité vs pH avant flottation
Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %

4.3.3- b^* (couleur)

Un pH alcalin pour une suspension fibreuse favorise la formation de groupements chromophores, qui sont responsables de la détérioration des propriétés optiques. Les essais effectués à pH acide donneront donc une valeur de b^* inférieure à celle obtenue à pH alcalin. Ainsi, les valeurs de b^* mesurées à pH acide se situent entre 5,2 et 5,5 dans tous les cas, et varient peu avec le bioxyde de carbone, qui abaisse le pH à des valeurs acides. A l'opposé, les pâtes non-flottées de même que celles flottées avec l'air, l'oxygène (O_2) et l'azote (N_2) voient leur b^* augmenter rapidement

(jusqu'à plus de 7) à mesure que leur pH augmente aussi.

En résumé, la flottation faite en utilisant le bioxyde de carbone (CO_2) comme phase gazeuse donne toujours les meilleures propriétés optiques. Cette situation est due à son pouvoir d'acidification.

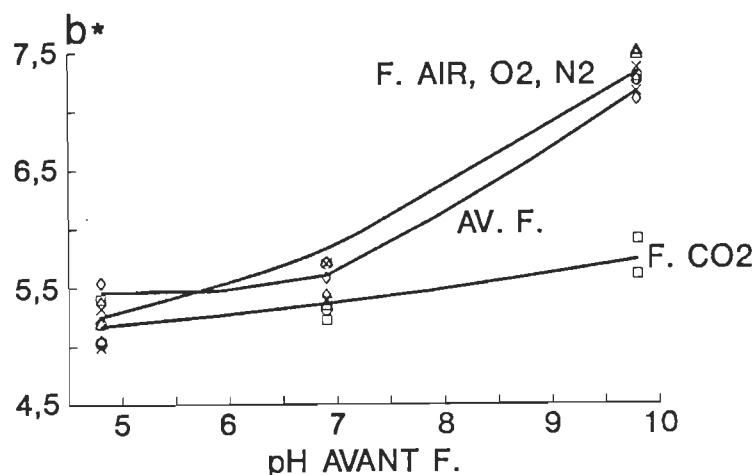


Fig. 31 b^* (couleur) vs pH avant flottation.
Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %

4.3.4- Incide d'éclatement

L'acidification du système provoque une diminution marquée de l'indice d'éclatement (figure 32).

Comme dans les cas précédents, les pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2) présentent un indice d'éclatement constant, avec $1,6 \text{ kPa.m}^2/\text{g}$, ce qui est la valeur la plus faible de toutes les pâtes flottées. Les pâtes flottées avec les trois autres gaz ont un indice d'éclatement croissant avec l'augmentation de pH. L'indice d'éclatement avant des pâtes avant la

flottation a un comportement similaire à celui des pâtes flottées avec l'air, l'oxygène (O_2) et l'azote (N_2), mais sa valeur demeure inférieure de 0,4 $kPa \cdot m^2/g$ pour tous les pH expérimentaux.

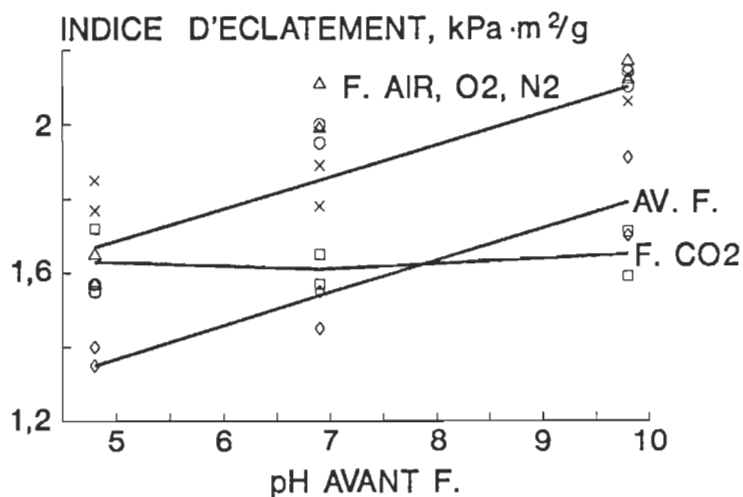


Fig. 32 Indice d'éclatement vs pH avant f.
Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %

4.3.5- Longueur de rupture

La longueur de rupture présente des tendances similaires à celles de l'indice d'éclatement (figure 33). La longueur de rupture semble atteindre une valeur minimale à pH neutre.

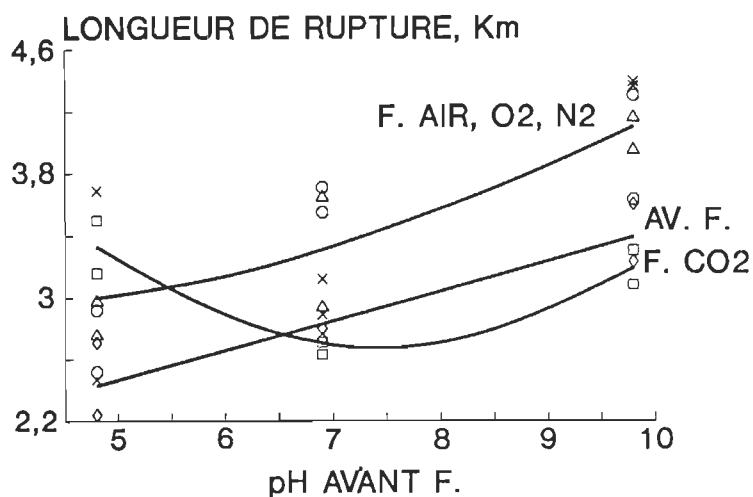


Fig. 33 Longueur de rupture vs pH avant f.
Acide oléique 2 % et BHTA 0,6 %

Il a été montré dans cette deuxième série que l'acidification du système a pour effet de diminuer sa résistance mécanique. Cet affaiblissement serait dû à la dégradation des fibres en milieu acide, ou à la plus grande adsorption d'agent tensio-actif en milieu acide, ou une combinaison des deux effets.

4.4- TROISIÈME PARTIE EXPÉRIMENTALE

Cette troisième série d'expériences a été faite dans le but de minimiser la baisse des propriétés de résistance provoquée par la flottation avec le bioxyde de carbone (en milieu acide).

Deux méthodes de trituration ont été comparées afin de mieux

comprendre l'influence des agents tensio-actifs sur les propriétés de résistance. Les détails de ces méthodes sont donnés au tableau 6. L'une d'elles est faite avec l'addition d'agent tensio-actif, alors que pour l'autre il n'y en a pas d'ajouté. Les pH cibles, après la trituration, étaient de 4,8, 6,9, ou 9,8 et ce, selon l'expérience à réaliser.

4.4.1- Longueur de rupture (trituration)

La figure 34 démontre que la baisse de la longueur de rupture est plus importante lorsqu'il y a à la fois addition d'agent tensio-actif au système, et que le pH est acidifié.

La diminution de la longueur de rupture des pâtes triturées avec l'acidification du système est provoquée par la dégradation des fibres, et la présence plus marquée d'agents tensio-actifs sur la surface des fibres. La diminution est moins importante en absence de l'agent tensio-actif. La longueur de rupture diminue de 4,6 à 3,6 et de 3,6 à 2,4 selon que l'agent tensio-actif est absent ou présent.

Il y a un écart de 1 km entre les valeurs de longueur de rupture des deux triturations à pH alcalin (9,8), provoqué par l'adsorption de l'agent tensio-actif par les fibres. Sans agent tensio-actif, la longueur de rupture est de 4,6 km, comparativement à 3,6 km avec addition de ce type de produits. L'écart observé s'accroît et atteint 1,2 km à pH acide (4,8). Ce comportement serait dû à un plus grand taux d'adsorption d'agent tensio-actif en milieu acide.

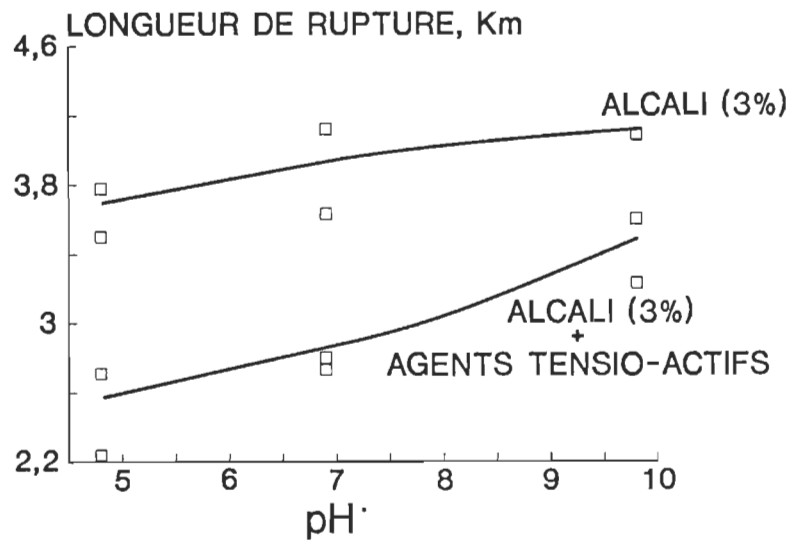


Fig. 34 Influence des agents tensio-actifs sur la longueur de rupture.

4.4.2- Indice d'éclatement (trituration)

Le comportement des courbes au niveau de l'indice d'éclatement est similaire à celui observé dans le cas de la longueur de rupture. La dégradation des fibres à pH acide affecte les deux propriétés de la même façon.

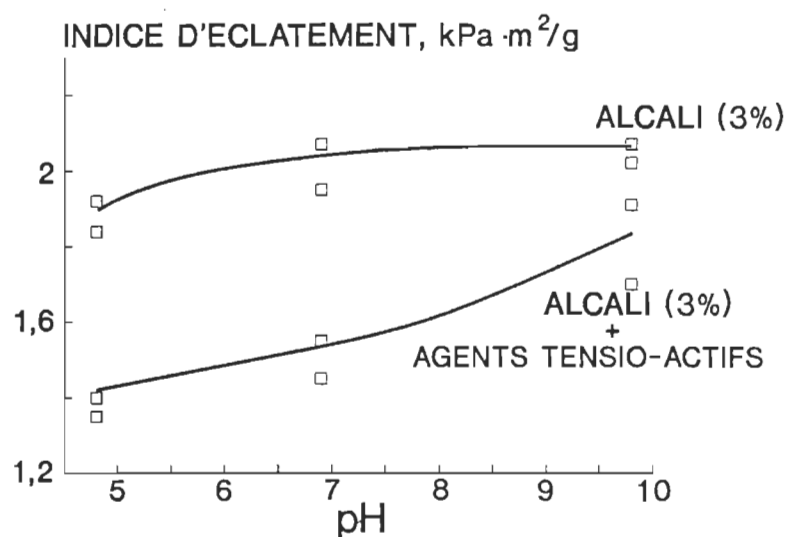


Fig. 35 Influence des agents tensio-actifs sur l'indice d'éclatement.

Le facteur qui affecte le plus les propriétés de résistance est la présence d'agent tensio-actif. Lors d'essais subséquents, un lavage a été effectué après la flottation, de façon à éliminer ces agents tensio-actifs et préserver les propriétés de résistance. Ces étapes de lavage ont été effectuées à pH neutre ou alcalin.

Dans ces essais, la longueur de rupture, l'indice d'éclatement et la blancheur ont été mesurés avant flottation, après flottation, après lavage neutre, et après lavage alcalin. Chacune de ces étapes est désignée "stade". Les résultats obtenus pour la flottation au bioxyde de carbone sont comparés à ceux de la flottation à l'air. Les mesures ont été faites

après différents temps de repos, soit 0, 1 et 4 jours. Le temps de repos est défini comme étant le temps écoulé entre le lavage et la formation des feuilles. Ce paramètre ayant en fait très peu d'influence sur l'adsorption de surfactif par les fibres, la valeur moyenne des trois temps de repos (0, 1 et 4 jours) a été utilisée pour tracer les lignes présentées dans les graphiques.

4.4.3- Longueur de rupture (lavage)

Comme lors des essais précédents, la longueur de rupture augmente suite à la flottation faite avec l'air par rapport à l'échantillon avant flottation (figure 36). Par contre, en utilisant le bioxyde de carbone (CO_2) comme gaz, il y a diminution de la longueur de rupture.

Les variations de longueur de rupture observées après les stades de lavage sont attribuables à deux facteurs principaux: la perte de fines et l'élimination de l'agent tensio-actif.

Pour l'échantillon flotté avec l'air, l'effet résultant est une diminution de la résistance. Pour l'échantillon flotté avec le bioxyde de carbone (CO_2), la longueur de rupture après lavage alcalin augmente jusqu'à une valeur s'approchant de son point de départ (échantillon avant flottation).

Le lavage alcalin a une influence plus prononcée que le lavage neutre, car en plus d'éliminer l'agent tensio-actif, les liens hydrogène sont rétablis sans l'aide de l'agent. Ces liens hydrogène entre les fibres sont responsables d'une partie des forces ou résistances mécaniques.

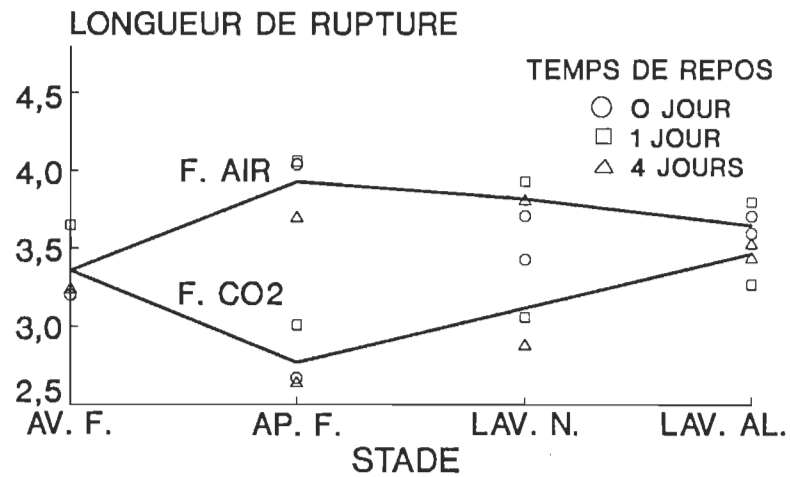


Fig. 36 Lavage neutre et alcalin (LR).

4.4.4- Indice d'éclatement (lavage)

L'indice d'éclatement présente un comportement similaire à celui de la longueur de rupture (figure 37).

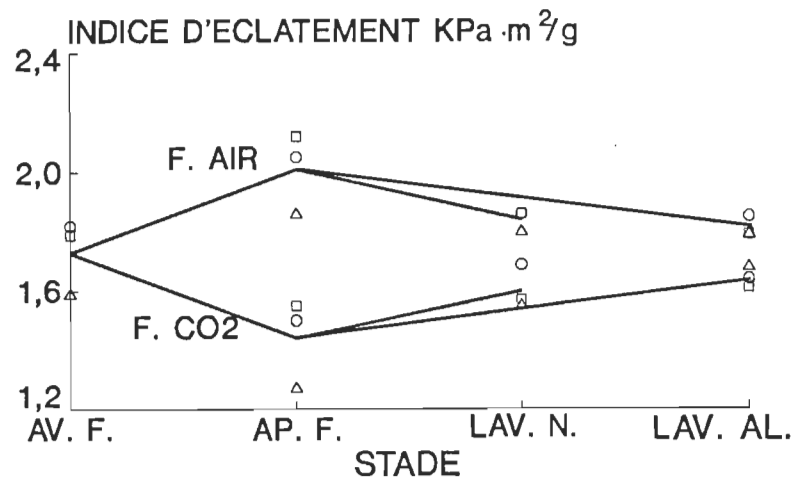


Fig. 37 Lavage neutre et alcalin (IE).

Le lavage des pâtes flottées avec le bioxyde de carbone (CO_2) permet d'augmenter les propriétés de résistance mécanique très près de leur valeur initiale (c'est-à-dire avant flottation).

Les agents tensio-actifs sont additionnés au procédé de désencrage pour favoriser l'élimination de l'encre, mais ils sont également adsorbés par les fibres. La figure 38 illustre ces activités développées par les surfactifs.

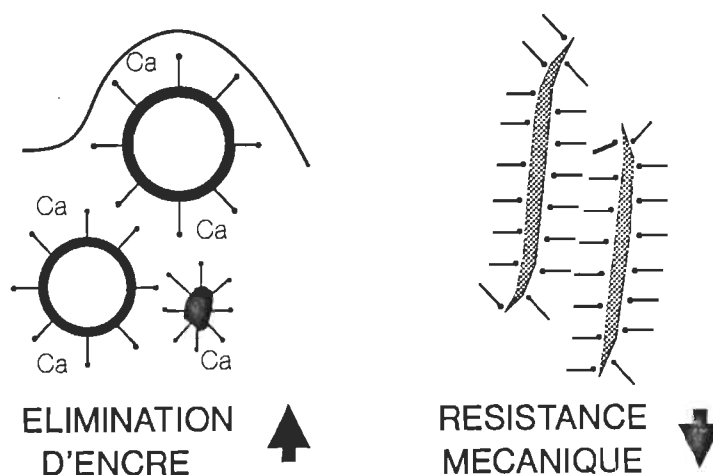


Fig. 38 Activités développées par les agents tensio-actifs lors de la flottation.

Les molécules adsorbées d'agent tensio-actif forment une couche sur les fibres, de telle façon que les extrémités non polaires sont dirigées vers l'extérieur. Cette couche empêche la formation de liaisons chimiques entre les fibres (ponts hydrogène), en diminuant la qualité du contact, et par conséquent les résistances mécaniques. Les changements de pH affectent de façon très importante l'adsorption du surfactif. Un pH neutre ou peu acide favorise son adsorption, ce qui justifie l'utilisation d'un lavage

neutre ou alcalin.

4.4.5- Blancheur (lavage)

La figure 39 illustre l'effet du lavage sur la blancheur. Il y a une perte de blancheur après le lavage pour les deux courbes (air et bioxyde de carbone). La perte de fines et la formation possible de groupements chromophores attribuables au changement du pH lors du lavage sont responsables de cette perte de blancheur.

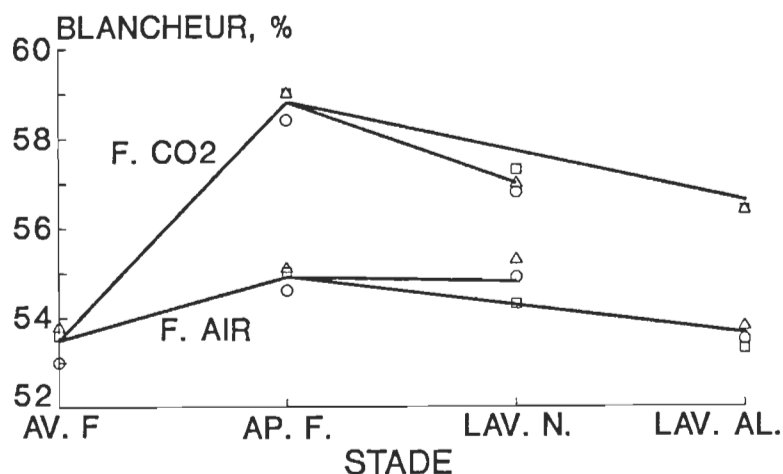


Fig. 39 Lavage neutre et alcalin (BLA).

4.5 Comparaison optique

Les standards de qualité du papier journal sont de plus en plus sévères. Les cibles optiques utilisées par le journal "USA TODAY" (61) sont présentées au tableau 7, par comparaison avec les flottations faites

avec le bioxyde de carbone (CO_2) et l'air à 2 % d'acide oléique et 0,6 % de BHTA (bromure d'hexadécyl triméthyl-ammonium).

	Ac. ol. 2%, BHTA 0.6% NORMES DE F. AIR F. CO2 "USA TODAY"		
BLANCHEUR ISO, %	53,2	56,9	59,0
L* (noir-blanc)	81,6	83,0	83,3
a* (vert-rouge)	0,70	0,68	1,10
b* (jaune-bleu)	7,24	5,42	4,30

Tableau 7. Comparaison optique.

Les valeurs correspondant à la flottation faite avec le bioxyde de carbone (CO_2) sont assez proches des cibles optiques.

4.6- Autres paramètres mesurés

Quelques autres paramètres ont été mesurés dans le cadre de ce projet de recherche. Les résultats obtenus sont décrits brièvement dans cette section.

Opacité :

Les variables étudiées ont une influence peu importante sur ce paramètre (coefficient d'explication très faible). Tous les résultats se trouvent dans un intervalle assez étroit (98,5-99,5 % d'opacité). De façon pratique, le comportement de l'opacité est considéré constant.

a* (couleur) :

Le paramètre a* montre le même problème d'interprétation que l'opacité, et la presque totalité des résultats se situe entre 0 et 1.

Indice de déchirure :

L'indice de déchirure varie de façon inexplicable dans quelques cas. La corrélation pour cet indice est parfois très bonne, et d'autres fois non significative, contrairement aux deux autres résistances sélectionnées. Ces dernières ont toujours eu une corrélation significative et représentative de l'influence des variables étudiées. Cette situation justifie que la longueur de rupture et l'indice d'éclatement soient privilégiés pour représenter les résistances mécaniques.

5. CONCLUSIONS

Les résultats présentés précédemment permettent de tirer plusieurs conclusions.

Il n'existe pas de différence en pratique entre les pâtes flottées avec l'air, l'oxygène ou l'azote.

Les flottations faites en utilisant le bioxyde de carbone comme phase gazeuse présentent un comportement très différent par rapport aux autres flottations. La différence de comportement est entièrement attribuable à l'acidification de la suspension fibreuse. Le bioxyde de carbone utilisé à la flottation est solubilisé partiellement dans le système, ce qui provoque la formation d'un acide faible qui est en équilibre lorsque la suspension atteint un pH entre 4 et 5.

Pour effectuer une flottation efficace dans cette nouvelle condition, il est nécessaire d'utiliser un nouvel agent tensio-actif, le bromure d'hexadécyl triméthyl-ammonium (BHTA), qui est capable de performer au milieu acide.

Les flottations faites en utilisant le bioxyde de carbone (flottations acides) montrent de meilleures propriétés optiques. La flottation en milieu acide empêche la formation de groupements chromophores, qui sont responsables de la détérioration des propriétés optiques, et plus spécifiquement du jaunissement de la pâte.

Par contre, ces flottations donnent les plus faibles résistances mécaniques. L'acidification qui se produit au cours de la flottation détériore les fibres par la diminution des liens hydrogène, et favorise

l'adsorption de l'agent tensio-actif par celles-ci. Ces deux facteurs provoquent une diminution très marquée des résistances mécaniques.

En effectuant un lavage sur les pâtes flottées avec le bioxyde de carbone, les résistances mécaniques peuvent être ramenées très près de leur valeur avant flottation.

Les agents tensio-actifs sont additionnés au procédé de désencrage pour favoriser l'élimination de l'encre, mais ils sont également adsorbés par les fibres et forment une couche sur les fibres qui empêche la formation de ponts hydrogène (ce qui diminue la qualité du contact, et par conséquent les résistances mécaniques). Les changements de pH affectent l'adsorption de l'agent tensio-actif; un pH neutre ou peu acide favorise son adsorption, ce qui justifie l'utilisation d'un lavage neutre ou alcalin.

6- RECOMMANDATIONS

Suite à ce travail, les recommandations suivantes sont formulées :

- 1- Diminuer l'alcalinité du procédé de désencrage autant qu'il est possible. Un milieu alcalin favorise la formation de groupements chromophores sur la pâte. Les données obtenues montrent qu'une flottation acide peut être réalisable et donner des résultats intéressants;
- 2- Examiner l'élimination complète des agents tensio-actifs après flottation, car leur présence dans la suspension fibreuse influence négativement les résistances mécaniques;
- 3- Utiliser un mélange papier journal et revue comme matière première. L'incorporation de revue dans le système devrait améliorer les propriétés optiques de la pâte résultante. Ainsi, il serait possible d'atteindre les cibles optiques;
- 4- Ajouter 1 % de peroxyde de hydrogène au trituteur pour atteindre les cibles optiques, si la recommandation précédente ne réussit pas;
- 5- Incorporer la combustion submergée à l'étape de flottation. Le procédé de combustion submergée est illustré à la figure 40.

Le gaz naturel et l'air sont injectés au système par la partie supérieure, et la combustion se réalise au brûleur, qui est situé sous le niveau du liquide (d'où son appellation "combustion submergée"). Les gaz de combustion sortent du tuyau en formant des bulles dans le liquide. Ces bulles peuvent être utilisées pour deux fonctions :

- 1- chauffer la suspension de la température ambiante jusqu'à la température de flottation (40-60°C);
- 2- enlever les particules d'encre de la suspension.

Le grand avantage de l'utilisation de la combustion submergée se caractérise principalement par un rendement thermique très efficace de l'ordre de 100% sur le pouvoir calorifique inférieur pour des températures au-dessous de 60°C (58).

Cette technique est applicable à la flottation. Les produits de combustion (sous forme gazeuse) qui remontent dans le liquide (figure 40) deviendraient à leur sortie du tuyau le gaz requis pour désencrer une suspension fibreuse par flottation. L'utilisation des gaz de combustion pour effectuer la flottation est possible, et les résultats pressentis sont acceptables.

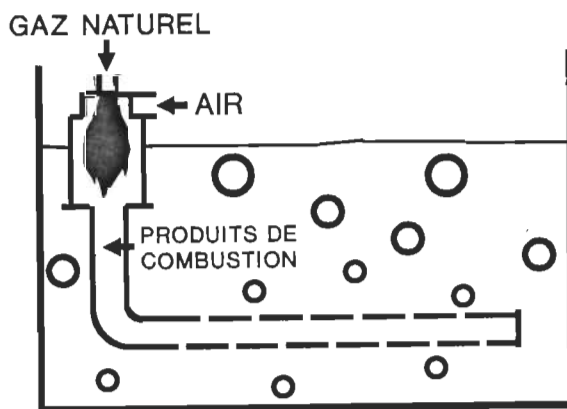


Fig. 40 La combustion submergée.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUES

- 1) Mullinger J., "La crise de l'entreposage des déchets donne un nouvel élan au recyclage", Journal des Pâtes et Papiers, 13-17, jan.-fev. (1990).
- 2) PAPRICAN. "Mandated Use of Recycled-Content Newsprint in the United States", Documentation interne, Octobre, (1989).
- 3) Sauret, G., Bernard, E. "Le point sur le désencrage: Cinétique de la désencrabilité du papier journal imprimé en offset: influence des encres". Centre technique du papier, ATIP CONGR. (Grenoble) 33d. (1980).
- 4) Carr, W. F. "New trends in deinking technology", TAPPI Journal, 127-132, (Février 1991).
- 5) Larsson, A., Stenius, P. and Odberg, L. "Surface chemistry in flotation deinking; Part 3", Svensk papperstidning, R1-R7, No. 3/(1985).
- 6) Rangamannar, G. and Silveri, L. "Effective secondary fiber treatment process for high quality deinked pulp", TAPPI Journal, 188-191, (Juillet 1990).
- 7) Pfalzer, L. "Deinking of secondary fibers: A comparison of Washing and flotation", TAPPI Journal, 63, (9), 113-116, (1980).
- 8) Smook, G. A. and Kokurek, M. J. "Handbook for Pulp & Paper Technologists", TAPPI/CPPA Joint Textbook Committee of the Paper Industry: 104-107, (1982).
- 9) Ortner, H. E. "Recycling of Papermaking Fibers: Flotation Deinking",

TAPPI Press, (1981).

- 10) Lapointe, M., Marchildon, L. et Chabot, B. "Le désencrage des années 90"; Conférence Technologique Estivale 1990; pp.51-57; (Juin 1990).
- 11) Bernard, E. "Désencrage nouveaux procédés", ATIP, 33, (9), 429-440, (1979).
- 12) Kokta, B. V. Notes du cours: "Chimie du bois et des dérivés cellulosiques". CRPP, Université du Québec à Trois-Rivières, (1990).
- 13) Zabala, J. M. and McCool M. A. "Deinking at Papelera Peninsular and the philosophy of deinking system design", TAPPI Journal, 62-68, (Août 1988).
- 14) Liphard, M., Schreck, B. and Hornfeck, K. "Interfacial studies and application tests on the flotation of printing inks and fillers", TAPPI proceedings, Pulping conference, 965-973, (1990).
- 15) Schriver, K. E., Bingham, S. J. and Fraizer, M. W. "The function of clay in flotation deinking", TAPPI proceedings, Pulping conference, 133-143, (1990).
- 16) Williams, G. R. "Physical chemistry of the absorption of talc, clay and other additives on the surface of sticky contaminants", TAPPI proceedings, Pulping conference, 563-571, (1987).
- 17) Bassemir, R. W. "The chemical nature of modern printing inks and deinking", TAPPI Journal, Vol. 62, No. 7, 25-26, (Juillet 1979).

- 18) Altieri A. M. and Wendell, J. W. "Deinking of waste paper", TAPPI monograph No. 31, New York, (1969).
- 19) Flick, E. W. "Printing Ink Formulations", Noyes publications, Newburyport Massachusetts, (1985).
- 20) Paraskevas, S. "Ink removal - Various Methods and their effectiveness", TAPPI Seminar Notes, Contaminant problems and strategies in wastepaper recycling, 41-43, (1989).
- 21) Szatkowski, M. and Freyberger, W. L. Trans. Inst. Mining Metall, 94(6); 61 (1985).
- 22) Fuerstenau, D. W. and Raghavan, S. "Flotation: Gaudin, A. M. Memorial Volume", Vol. I, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Inc. New York, (1976).
- 23) Silveri, L. "Dispositif de flottation et systèmes de désencrage intégrés ou mixtes", Papier, carton et cellulose, (Juin 1984).
- 24) Huh, C. C. and Scriven, L. E., J. Colloid Interface Sci., 35, 85, (1971)
- 25) Van Voorst Vader, F., Chem-Eng-Tech., 49, 488, (1977).
- 26) White, L. R., J. Chem. Soc., Faraday I, 73, 390, (1977).
- 27) Keneth, J. I. "The Scientific Basis of Flotation", Martinus Nijhoff Publishers in cooperation with NATO Scientific Affairs Division, Chap. Thin films, contact angles, wetting, 79-105, (1984).

- 28) Mattingley, J. T. "Residual Chemical Effects in Secondary Fiber Operations", TAPPI Journal, 67, (6), 74-77, (1984).
- 29) Anonyme, "De-Inking", DEGUSSA publication, (Février 1975).
- 30) Putz, H.-J. and Göttching, L. "Waste paper utilization in the Federal Republic of Germany with special reference to deinking and bleaching", Paper Southern Africa, 10-32, (Janvier/Février 1985).
- 31) Harrison, A. "Chemicals in deinking", Pulp & Paper, 39, (Avril 1991).
- 32) Mattingley, J. T. "Chemical use and cost in flotation deinking", Pulp & Paper International, 20, (6), 64-65, (Juin 1978).
- 33) Woodward, T. W. "Chemicals used in the deinking of secondary fiber", TAPPI Seminar Notes, Papermaking Chemical Processing Aids, 55-62, (1986).
- 34) Rosen, M. J. "Surfactants and interfacial phenomena", Wiley-Interscience Publication, (1978).
- 35) Bechstein, G. and Unger, E. "Performance of collectors in the deinking-flotation process", Zellstoff Paper, 21, (10), 297-306, (1972).
- 36) Leja, J. "Flotation: Surface chemistry of froth flotation", Plenum Press, New York, (1982).
- 37) Wood, D. L. "Alcohol ethoxylates and other nonionics as surfactants in the deinking of waste paper", TAPPI Proceedings, Pulping conference, 435-445, (1982).

- 38) Swuala, D. W. "A study of the deinking efficiency of nonionic surfactants", TAPPI Proceedings, Pulping conference, 533-4541, 1983.
- 39) Taylor, S. S. "Pulp Bleaching Technology Undergoes a Quiet Revolution", American Paper Maker, 18-22, (Juin 1988).
- 40) Burton, J. T. "Improving Hydrogen Peroxyde Bleaching of Mechanical Pulp: The Roles of Silicate and Epsom Salt", Pulp Technology, Vol. 3, No. 1, (Mai 1986).
- 41) Putz, H.-J., Schaffrath, H.-J. and Göttching, L. "Deinking of oil-and water-born Printing Inks -- a new Flotation Deinking Model", 1^{er} Forum Recherche sur le Recyclage, CPPA, Toronto, Ontario, (Octobre 1991).
- 42) Bechstein, G. "Use of Chemicals and their Action on Physico-Chemical Phenomena in the Flotation Deinking Process". Das Osterr. Papier, 12, (4), (1975).
- 43) Chabot, B. "L'impact de la quantité d'agent flocculant et de la température d'opération sur la grosseur des particules d'encre flottées", Mémoire de maitrise, CRPP, Université du Québec à Trois-Rivières, 90-117, (Février 1988).
- 44) Larsson, A., Stenius, P. and Ödberg, L. "Surface chemistry in flotation deinking; Part 1. The floatability of model ink particles", Svensk papperstidning, 87, (18), R 158-R 169, (1984).
- 45) Aplan, F. F. "Flotation", Union Carbide Corporation, Mining and Metals Division, 380-398, (1980).

- 46) Korte, E. C. "Use of chemicals in deinking", TAPPI Pulping Conference, 315-317, (1978).
- 47) Osipow, L. I. "Surface chemistry; theory and industrial applications", Krieger Publishing Co., New York, 144-162, (1972).
- 48) Galland, G., Bernard, E. et Sauret, G. "Contribution à l'étude physico-chimique du désencrage", Revue ATIP, Vol. 30, No. 2, (1976).
- 49) Perry, R. H. and Chilton, C. H. "Chemical Engineers' Handbook", Fifth Edition, (1973).
- 50) Koran, Z. Notes du cours: "Physique des fibres et du papier". CRPP, Université du Québec à Trois-Rivières, 1990.
- 51) Marchildon, L., Lapointe, M. et Chabot, B. "The influence of Particle Size in Flotation Deinking of Newsprint", Pulp & Paper Canada, 90 (4), T153-T158, (1989).
- 52) Flynn, P. "Precise Air Control, Key to Efficient Flotation Cell Deinking Operation", Pulp & Paper, 78-81, (Juillet 1983).
- 53) Lowe, G., Licht, B. H. and Leighton, G. "Deinking Plant Optimization Using Image Analysis", TAPPI, 74 (1), 125-129. (1991).
- 54) McCool, M.A. and Taylor, C. J. "Image analysis techniques in recycled fiber", TAPPI Journal, Vol. 66, No. 8, 69-71, (Août 1983).
- 55) Lowe, G., Licht, B. H. and Leighton, G. "Deinking plant optimization using image analysis", TAPPI Journal, 125-129, (Janvier 1991).

- 56) Nguyen, N. G., O'Neil, M. A., Jordan, B. D. and Dorris, G. M. "Measurement of ink particle size in deinked stocks by image analysis" 1^{er} Forum Recherche sur le Recyclage, CPPA, Toronto, Ontario, Octobre (1991).
- 57) Tanner, J. A. "Quantitative Image Analysis Utilizing a Bausch-Lomb Omnicon Alpha", TAPPI Printing Reprography Testing Conference, (Atlanta) Papers, 121-133, (1977).
- 58) Thouault, A. "Les possibilités d'application de la combustion submergée au chauffage des bains industriels", Direction des études et techniques nouvelles du Gaz de France, (1979).
- 59) Baillargeon, G. "Techniques de régression multiple, Méthodes statistiques de l'ingénieur", Dép. de mathématique et informatique, UQTR, Vol I, (s.d.).
- 60) Gellerstedt, G and Petterson, B. "Autoxidation of lignin", Svensk papperstidning, No. 11, 314-318, (1980).
- 61) Russell-Moreno, K., "Live and in color : New Standards for Newsprint", PIMA, May (1989).

ANNEXE I

MESURE DE LA SURFACE ENCRÉE.

- 1) Prendre 2 grammes de pâte.
- 2) Faire la dilution à 1 litre avec de l'eau déminéralisée.
- 3) Mesurer la consistance, (% Cs idéal = 0,2).
- 4) Prendre 0,2 gramme de cette suspension et faire une autre dilution jusqu'à 2 litres pour arriver à une consistance finale de 0,01 %.
- 5) Prendre 200 ml de la suspension finale et faire une filtration sous vide en utilisant des membranes de nitrate de cellulose (millipore), dont les pores ont un diamètre de 0,8 μm (Sartorius).
- 6) La millipore séchée est placée sous un microscope pour faire les lectures appropriées.
- 7) Pour chaque millipore, il faut faire 40 lectures avec l'objectif.
- 8) L'information lue par le microscope est envoyée par une caméra à un ordinateur qui fait le calcul de la surface encrée de façon automatique.

ANNEXE II

EXP.	VARIABLES		BLANCHEUR (%)					LUMINOSITE (L*)				
	% A. O.	% BHTA	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2
1	0	0	50,7	50,8	53,7	50,5	50,9	79,63	79,88	81,1	79,69	79,94
2	0	0,6	50,7	52,4	55,3	50,6	51	79,64	80,38	81,78	80,01	80,14
3	0	1,2	50,3	51,6	54,6	51,3	51,6	79,27	80,06	81,43	79,76	79,93
4	2	0	49,4	52,8	54,3	52,3	52,8	79,28	81,42	81,36	80,11	80,36
5	2	0,6	51,5	52,7	56,9	52,6	52,8	80,73	81,52	82,93	81,56	81,63
6	2	1,2	51,3	53,3	57,8	54,2	54,5	80,72	81,89	83,19	81,97	82,24
7	0	0	51	51,6	53,6	50,5	51,2	79,81	80	80,97	79,79	80,04
8	0	0,6	50,9	52,4	54,9	51	51,4	79,87	80,45	81,65	80,16	80,35
9	0	1,2	49,8	51,2	54,1	51,2	51,6	79,1	79,98	81,06	79,81	79,98
10	2	0	50,2	52,4	54,9	52,5	52,7	79,61	81,18	81,54	80,14	80,15
11	2	0,6	51,6	53,6	56,9	52,9	52,4	80,79	81,74	82,99	81,36	81,53
12	2	1,2	52,5	53,6	56,4	53,6	54,4	80,97	81,89	82,63	81,82	82,12

EXP.	VARIABLES		b* (COULEUR)					ENL. D'ENCRE (%)			
	% A. O.	% BHTA	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2
1	0	0	6,13	6,58	5,58	6,28	6,23	20,26	14,32	45,73	72,71
2	0	0,6	6,16	5,67	5,33	6,23	6,09	85,81	85,55	70,48	79,37
3	0	1,2	6,05	6,25	5,26	6,25	6,22	91,48	89,93	79,37	88,57
4	2	0	6,65	6,88	5,35	7,76	7,67	*	25,68	91,11	88,57
5	2	0,6	7,09	7,36	5,6	6,9	6,89	87,87	84,52	91,75	89,52
6	2	1,2	6,98	7,03	5,39	6,89	6,98	89,16	94,58	93,65	89,21
7	0	0	6,09	6,17	5,58	6,3	6,14	53,8	61,55	69,21	76,51
8	0	0,6	6,34	5,75	5,29	6,1	6,1	87,87	79,61	65,09	78,1
9	0	1,2	6,13	6,12	5,16	6,39	6,32	86,58	81,68	87,3	86,99
10	2	0	6,75	7,35	5,31	7,52	7,37	84,52	38,84	87,94	89,84
11	2	0,6	7,25	7,16	5,9	7,25	7,08	93,81	90,97	90,8	91,43
12	2	1,2	6,47	7,05	4,58	7,06	7,15	91,74	93,81	96,51	94,6

* ERREUR DE LECTURE

Tableau 8. Première partie, propriétés optiques.

EXP.	VARIABLES		IND. D'ECLATEMENT (KPa-m2/g)					L. DE RUPTURE (Km)				
	% A. O.	% BHTA	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2
1	0	0	2,35	2,46	2,26	2,56	2,55	4,5	4,64	4,32	4,66	4,35
2	0	0,6	2,44	2,15	1,79	2,27	2,4	4,42	4,22	4,16	4,59	4,35
3	0	1,2	2,09	2,12	1,56	2,1	2,1	4,23	4,55	2,82	4,37	4,68
4	2	0	1,9	2,1	1,84	2,06	2,12	3,7	3,63	3,7	3,58	3,48
5	2	0,6	1,7	2,06	1,59	1,91	1,96	3,23	4,36	3,3	3,84	3,89
6	2	1,2	1,58	2,01	1,53	1,87	1,92	2,92	3,44	2,87	3,5	3,77
7	0	0	2,5	2,6	2,24	2,58	2,59	5,31	5,1	4,53	5,2	5,6
8	0	0,6	2,37	2,38	1,88	2,37	2,29	4,54	4,73	3,74	4,75	4,87
9	0	1,2	2,05	2,1	1,66	1,98	2,06	4,32	3,91	3,46	3,91	4,28
10	2	0	2,13	2,3	1,82	2,12	2,04	3,57	3,97	3,42	3,66	4,2
11	2	0,6	1,91	2,13	1,71	2,15	2,13	3,6	4,39	3,08	3,66	3,62
12	2	1,2	1,38	2	1,5	1,96	1,94	3,14	3,89	2,89	3,55	3,71

Tableau 9. Première partie, résistances mécaniques.

EXP.	VARIABLE	BLANCHEUR (%)					LUMINOSITE (L')				
	pH AV. F.	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2
13	4,8	55,6	57,3	57,2	56,9	56,8	82,15	82,97	82,95	82,65	82,64
14	6,9	55,6	56,7	58	57,5	57,5	82,19	82,86	83,34	82,7	82,7
15	9,8	51,5	52,7	56,9	52,75	52,85	80,73	81,52	82,93	81,31	81,21
16	4,8	56	57,8	57,6	56,5	57,2	82,14	83,07	82,93	83,18	83,18
17	6,9	55,2	57,2	57,9	56,2	56,7	81,82	82,95	83,21	82,47	82,21
18	9,8	51,6	53,6	56,9	53,95	54,05	80,79	81,74	82,99	81,63	81,39

Tableau 10. Deuxième partie, propriétés optiques.

	VARIABLE	b* (COULEUR)				
EXP.	pH AV. F.	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2
13	4,8	5,54	5,32	5,4	5,05	5,19
14	6,9	5,58	5,7	5,38	5,34	5,31
15	9,8	7,09	7,36	5,6	7,5	7,29
16	4,8	5,37	4,99	5,03	5,19	5,03
17	6,9	5,43	5,4	5,22	5,71	5,7
18	9,8	7,25	7,16	5,9	7,47	7,25

Tableau 10. Deuxième partie, propriétés optiques (cont).

	VARIABLE	IND. D'ÉCLATEMENT (Kpa-m2/g)					L. DE RUPTURE (Km)				
EXP.	pH AV. F.	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2	AV. F.	F. AIR	F. CO2	F. O2	F. N2
13	4,8	1,4	1,85	1,72	1,57	1,57	2,71	3,69	3,5	2,76	2,52
14	6,9	1,55	1,78	1,57	2,11	1,95	2,73	2,89	2,63	2,94	3,71
15	9,8	1,7	2,06	1,59	2,17	2,1	3,23	4,36	3,3	3,95	3,63
16	4,8	1,35	1,77	1,55	1,65	1,55	2,24	2,47	3,16	2,98	2,92
17	6,9	1,45	1,89	1,65	1,99	2	2,8	3,12	2,71	3,65	3,55
18	9,8	1,91	2,13	1,71	2,12	2,14	3,6	4,39	3,08	4,16	4,3

Tableau 11. Deuxième partie, résistances mécaniques.

	VARIABLE	IND. D'ECLATEMENT (Kpa-m2/g)		L. DE RUPTURE (Km)	
EXP.	pH	AL(3%)	AL(3%) + Agents tensio-actifs	AL(3%)	AL(3%) + Agents tensio-actifs
19	4,8	1,92	1,4	3,5	2,71
20	6,9	2,07	1,55	3,63	2,73
21	9,8	2,07	1,7	4,09	3,23
22	4,8	1,84	1,35	3,78	2,24
23	6,9	1,95	1,45	4,12	2,8
24	9,8	2,02	1,91	4,08	3,6

Tableau 12. Troisième partie, influence des agents tensio-actifs sur les résistances mécaniques

VARIABLES			BLANCHEUR (%)				LUMINOSITE (L')				b* (COULEUR)			
			STAGE				STAGE				STAGE			
EXP.	TEMPS (jours)	GAZ	AV. F.	Ap. F.	Ap. L.N.	Ap. L.A.	AV. F.	Ap. F.	Ap. L.N.	Ap. L.A.	AV. F.	Ap. F.	Ap. L.N.	Ap. L.A.
25	0	AIR	53,8	55,1	55,3	53,8	81,77	82,43	82,09	81,81	6,74	6,62	5,87	6,89
26	0	CO2	53,8	59	57	56,4	81,77	83,8	82,69	82,65	6,74	5,22	5,27	5,77
27	1	AIR	53,6	55	54,3	53,3	81,72	82,45	81,95	81,55	6,89	6,87	6,67	7,03
28	1	CO2	53,6	59	57,3	56,4	81,72	83,8	82,91	82,51	6,89	5,2	5,37	5,54
29	4	AIR	53	54,6	54,9	53,5	81,61	82,31	82,26	81,78	7,25	6,98	6,6	7,22
30	4	CO2	53	58,4	56,8	54,1	81,61	83,51	82,69	81,97	7,25	5,25	5,47	6,87

VARIABLES			IND. D'ECLATEMENT(Kpa-m2/g)				L. DE RUPTURE (Km)			
			STAGE				STAGE			
EXP.	TEMPS (jours)	GAZ	AV. F.	Ap. F.	Ap. L.N.	Ap. L.A.	AV. F.	Ap. F.	Ap. L.N.	Ap. L.A.
25	0	AIR	1,59	1,86	1,8	1,79	3,24	3,7	3,81	3,44
26	0	CO2	1,59	1,27	1,55	1,68	3,24	2,64	2,88	3,53
27	1	AIR	1,79	2,12	1,86	1,79	3,65	4,06	3,93	3,8
28	1	CO2	1,79	1,55	1,57	1,61	3,65	3,01	3,06	3,27
29	4	AIR	1,82	2,05	1,86	1,85	3,2	4,04	3,71	3,71
30	4	CO2	1,82	1,5	1,69	1,64	3,2	2,67	3,43	3,6

Tableau 13. Troisième partie, propriétés optiques et résistances mécaniques.

Tableau 14. Coefficient de détermination du modèle retenu pour chacune des variables explicatives (Série I).

	Longueur de rupture	Indice d'écla- tement	b*	L*	Blancheur
1) X_1 % Acide oléique			0,22576	0,56214	0,56042
2) X_2 % Agent moussant		-0,35198			
3) X_3 air, CO ₂	-0,29688	-0,39722	-0,84778	1,0814	3,1194
4) X_4 O ₂					
5) X_5 N ₂					
6) X_2^2		0,17969	-0,16562	0,40439	
7) X_1X_2	0,28622	0,20354	-0,48972	-0,41503	
8) X_1X_3					
9) X_1X_4					
10) X_1X_5					
11) $X_1X_2^2$					
12) $X_2^2X_3$					
13) $X_2^2X_4$					
14) $X_2^2X_5$					
15) $X_1X_2X_3$					
16) $X_1X_2X_4$					
17) $X_1X_2X_5$					
18) $X_1X_2^2X_3$					
19) $X_1X_2^2X_4$					
20) $X_1X_2^2X_5$					
21) X_2X_3	-0,59038				
22) X_2X_4					
23) X_2X_5					
Constante	0,04688	0,12681	0,064444	0,29702	0,77847

Tableau 15. Pourcentage d'explication du modèle retenu pour chacune des variables explicatives (Série I).

	Longueur de rupture	Indice d'éclatement	b*	L*	Blancheur
1) X_1 % Acide oléique			2,7	22,8	12,5
2) X_2 % Agent moussant		4,8			
3) X_3 air, CO_2	34,3	44,9	75,9	51,0	72,5
4) X_4 O_2					
5) X_5 N_2					
6) X_2^2				7,6	
7) X_1X_2	21,5	34,6	3,0	3,4	
8) X_1X_3			7,4		
9) X_1X_4					
10) X_1X_5					
11) $X_1X_2^2$					
12) $X_2^2X_3$					
13) $X_2^2X_4$					
14) $X_2^2X_5$					
15) $X_1X_2X_3$					
16) $X_1X_2X_4$					
17) $X_1X_2X_5$					
18) $X_1X_2^2X_3$					
19) $X_1X_2^2X_4$					
20) $X_1X_2^2X_5$					
21) X_2X_3	8,4	1,4			
22) X_2X_4					
23) X_2X_5					
R ² (modèle)	64,2	85,7	89,0	84,8	85,0

Tableau 16. Fisher du modèle retenu et de chacune des variables explicatives (Série I).

	Longueur de rupture	Indice d'écla- tement	b*	L*	Blancheur
1) X_1 % Acide oléique			10,6	64,6	37,4
2) X_2 % Agent moussant		14,6			
3) X_3 air, CO_2	42,1	135	297	144	217
4) X_4 O_2					
5) X_5 N_2					
6) X_2^2		4,2		21,8	
7) X_1X_2	26,5	104	11,7	9,4	
8) X_1X_3			29,2		
9) X_1X_4					
10) X_1X_5					
11) $X_1X_2^2$					
12) $X_2^2X_3$					
13) $X_2^2X_4$					
14) $X_2^2X_5$					
15) $X_1X_2X_3$					
16) $X_1X_2X_4$					
17) $X_1X_2X_5$					
18) $X_1X_2^2X_3$					
19) $X_1X_2^2X_4$					
20) $X_1X_2^2X_5$					
21) X_2X_3	10,3				
22) X_2X_4					
23) X_2X_5					
Fisher (modèle)	26,3	64,4	87,2	60,1	127,33

Tableau 17. Coefficient de détermination du modèle retenu pour chacune des variables explicatives (Série II).

	Longueur de rupture	Indice de déchirure	Indice d'éclatement	b*	a*	L*	Blancheur
Constante	0,63623	1,3480	0,34842	-0,77783	-0,20657	0,76444	2,3804
$X_1 = \text{pH}$		-0,11066		0,99387			-0,11736
$X_2 = \text{air (0)}$ $\text{CO}_2 \text{ (1)}$		-1,1148		-2,3707		-0,41184	
$X_3 = \text{O}_2 \text{ (1)}$					-0,22032		
$X_4 = \text{N}_2 \text{ (1)}$							
$X_5 = X_1^2$					-0,0050132		
$X_6 = X_1 X_2$		0,040666		0,91649			-0,50233
$X_7 = X_1 X_3$							
$X_8 = X_1 X_4$					-0,039901		
* $X_9 = X_1^2 X_2$	-0,0093573		-0,0051351	-0,085402		0,019240	0,094053
$X_{10} = X_1^2 X_3$							
$X_{11} = X_1^2 X_4$							
R ²	39,5	72,2	69,0	90,8	45,2	82,3	87,2

* Plus le pH est élevé, plus la différence est grande entre la longueur de rupture obtenue avec le CO₂ par rapport aux autres gaz.

Tableau 18. Pourcentage d'explication du modèle retenu et de chacune des variables explicatives (Série II).

	Longueur de rupture	Indice d'éclate- ment	b*	L*	Blancheur
1) X_1 (pH)			8,4		3,3
2) X_2 (air, CO_2)			2,4	4,5	
3) X_3 (O_2)					
4) X_4 (N_2)					
5) X_1^2					
6) X_1X_2			16,5		6,7
7) X_1X_3					
8) X_1X_4					
9) $X_1^2X_2$	39,5	69,0	63,5	77,8	77,2
10) $X_1^2X_3$					
11) $X_1^2X_4$					
R^2 (modèle)	39,5	69,0	90,8	82,3	87,2

Tableau 19. Fisher du modèle retenu et de chacune des variables explicatives (Série II).

	Longueur de rupture	Indice d'éclate- ment	b*	L*	Blancheur
1) X_1 (pH)			17,3		5,1
2) X_2 (air, CO_2)			5,0	5,3	
3) X_3 (O_2)					
4) X_4 (N_2)					
5) X_1^2					
6) X_1X_2			34,1		10,6
7) X_1X_3					
8) X_1X_4					
9) $X_1^2X_2$	14,4	49,1	131	92,3	121
10) $X_1^2X_3$					
11) $X_1^2X_4$					
Fisher (modèle)	14,4	49,1	46,9	48,8	45,5